

**Pengaruh Konsentrasi  $\text{TiO}_2\text{N}$ , Rasio Fotokatalis, dan Lama  
Penyinaran terhadap Aktivitas Fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{N}$ -Zeolit/Alginat  
dalam Mendegradasi Limbah Cair Industri Tempe  
Menggunakan Sinar UV**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**SYARIFATIN HUSNA ASHARI**  
**145090207111010**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2018**

**Pengaruh Konsentrasi  $\text{TiO}_2\text{N}$ , Rasio Fotokatalis, dan Lama  
Penyinaran terhadap Aktivitas Fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{N}$ -Zeolit/Alginat  
dalam Mendegradasi Limbah Cair Industri Tempe  
Menggunakan Sinar UV**

**SKRIPSI**

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang kimia

Oleh:

**SYARIFATIN HUSNA ASHARI**

**145090207111010**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2018**

**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

**Pengaruh Konsentrasi  $\text{TiO}_2\text{N}$ , Rasio Fotokatalis, dan Lama  
Penyinaran terhadap Aktivitas Fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{N}$ -Zeolit/Alginat  
dalam Mendegradasi Limbah Cair Industri Tempe  
Menggunakan Sinar UV**

Oleh:

**SYARIFATIN HUSNA ASHARI**

**145090207111010**

Setelah diseminarkan di depan Majelis Penguji  
pada tanggal ..... **16 JUL 2018**  
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar Sarjana  
Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Dra. Sri Wardhani, M.Si  
NIP 196802261992032001

Drs. Danar Purwonugroho, M.Si  
NIP 196006101992031002



Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D

NIP 197310202002121001

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Syarifatin Husna Ashari

NIM : 145090207111010

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi yang berjudul:

**Pengaruh Konsentrasi  $\text{TiO}_2\text{N}$ , Rasio Fotokatalis, dan Lama Penyinaran terhadap Aktivitas Fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{N}$ -Zeolit/Alginat dalam Mendegradasi Limbah Cair Industri Tempe Menggunakan Sinar UV**

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata tugas akhir yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Juli 2018

Yang menyatakan



(Syarifatin Husna Ashari)

NIM 145090207111010

**Pengaruh Konsentrasi  $\text{TiO}_2\text{N}$ , Rasio Fotokatalis, dan Lama  
Penyinaran terhadap Aktivitas Fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{N}$ -Zeolit/Alginat  
dalam Mendegradasi Limbah Cair Industri Tempe  
Menggunakan Sinar UV**

**ABSTRAK**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik fotokatalis menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan Spektrofotometer FT-IR dan mengetahui aktivitas fotokatalis *beads*  $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolit/alginat. Kemampuan aktivitas fotokatalis *beads*  $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolit/alginat dilihat berdasarkan pengaruh konsentrasi  $\text{TiO}_2\text{N}$ , pengaruh rasio fotokatalis, dan lama penyinaran dalam mendegradasi limbah cair industri tempe dengan menggunakan sinar UV.  $\text{TiO}_2\text{N}$  disintesis menggunakan metode sonikasi dengan urea sebagai sumber N.  $\text{TiO}_2\text{N}$ -Zeolit *beads* fotokatalis disintesis dengan mencampurkan  $\text{TiO}_2\text{N}$ -Zeolit dan larutan Na-alginat. Kemudian ditetaskan menggunakan *syringe pump* dengan kecepatan 50 mL/jam ke dalam  $\text{CaCl}_2$  3% (w/v) sehingga terbentuk *beads*. Variasi konsentrasi  $\text{TiO}_2\text{N}$  yang digunakan adalah 0,3; 0,4; 0,5; dan 0,6 g/g zeolit dan variasi rasio massa fotokatalis yang digunakan adalah 2:1; 3:1; 4:1; dan 6:1 mg/mL dengan lama penyinaran 5 jam. Variasi lama penyinaran yang dilakukan adalah 2, 3, 4, dan 5 jam pada kondisi konsentrasi dan rasio optimum. Hasil karakterisasi SEM terlihat bahwa penambahan dopan N mengubah morfologi dari fotokatalis  $\text{TiO}_2$ . Karakterisasi FT-IR  $\text{TiO}_2\text{N}$  menunjukkan serapan Ti-N pada bilangan gelombang  $667,91\text{ cm}^{-1}$ . Berdasarkan hasil penelitian diperoleh penurunan nilai COD pada konsentrasi  $\text{TiO}_2\text{N}$  optimum adalah 0,5 (g/g zeolit), rasio fotokatalis dan limbah cair tempe optimum adalah 3:1 dan lama penyinaran optimum adalah 4 jam. Pada kondisi optimum diperoleh penurunan nilai COD sebesar 68,18 %.

**Kata kunci:** fotokatalis,  $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolit, alginat, limbah cair industri tempe, COD

## The Effect of $\text{TiO}_2\text{N}$ Concentration, Photocatalytic Ratio, and Luminous Ratio of $\text{TiO}_2\text{N}$ -Zeolite/Alginate Photocatalyst Activity in Degrading Tempe Liquid Wastes Using UV Light

### ABSTRACT

The purpose of this research is to know the photocatalyst characteristic using Scanning Electron Microscope (SEM) and FT-IR Spectrophotometer and to know the photocatalyst activity of  $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolite/alginate beads. The ability of  $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolite/alginate beads photocatalyst activity observed by the influence of  $\text{TiO}_2\text{N}$  concentration, the effect of photocatalyst ratio, and the duration of irradiation in degrading industrial liquid tempe waste by using UV light.  $\text{TiO}_2\text{N}$  was synthesized by sonication method with urea as the source of N.  $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolite photocatalyst beads synthesized by mixing  $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolite and Na-alginate solution. Then dripped using a syringe pump with a speed of 50 mL/hour into 3%  $\text{CaCl}_2$  (w/v) to form beads. The variation of  $\text{TiO}_2\text{N}$  concentration used was 0,3; 0,4; 0,5; and 0,6 g/g of zeolite and the variation in the ratio of photocatalyst mass used is 2: 1; 3: 1; 4: 1; and 6: 1 mg/mL with 5 hours irradiation. Variations of radiation duration are 2, 3, 4, and 5 hours at optimum concentration and ratios. The result of SEM Characterization showed that the addition of N dopant will change the morphology of the  $\text{TiO}_2$  photocatalyst. The characterization of FT-IR  $\text{TiO}_2\text{N}$  showed Ti-N peak at wave number  $667,91 \text{ cm}^{-1}$ . Based on the result of the research, the decreasing of COD value at optimum  $\text{TiO}_2\text{N}$  concentration was 0,5 (g/g zeolite), the optimum photocatalytic ratio and liquid wastewater is 3: 1 and the optimum irradiation time is 4 hours. At the optimum condition, the decreasing value of COD is 68.18%.

**Keywords:** *photocatalyst,  $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolite, alginate, tempe industrial liquid waste, COD*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa atas limpahan rahmat-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Konsentrasi  $\text{TiO}_2\text{N}$ , Rasio Fotokatalis, dan Lama Penyinaran terhadap Aktivitas Fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{N}$ -Zeolit/Alginat dalam Mendegradasi Limbah Cair Industri Tempe Menggunakan Sinar UV”** ini sebagai salah satu syarat mendapatkan gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia, FMIPA, Universitas Brawijaya. Penyusunan skripsi ini tidak dapat terselesaikan dengan baik tanpa bantuan dan kerja sama dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada :

1. Dra. Sri Wardhani, M.Si selaku dosen pembimbing I dan penasehat akademik yang telah membimbing, memberikan pengetahuan, dukungan dan masukan kepada penulis selama masa studi, pelaksanaan penelitian hingga penyusunan skripsi.
2. Drs. Danar Purwonugroho, M.Si selaku dosen pembimbing II yang telah membimbing, memberikan pengetahuan, dukungan dan masukan kepada penulis selama penyusunan skripsi.
3. Dosen penguji seminar proposal, kemajuan dan tugas akhir atas saran kepada penulis.
4. Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D selaku Ketua Jurusan Kimia beserta segenap Staf Pengajar dan Karyawan Jurusan Kimia.
5. Bapak Gunawan Ashari, Ibu Hamimah, Adek Nuril Millah Amalina Asyhari dan Shintiya Luthfia Muluhah Asyhari beserta seluruh keluarga atas doa, kepercayaan, kasih sayang dan semangat serta dukungan moril dan materil.
6. Bapak Aprial selaku laboran kimia anorganik yang telah membantu dalam penyediaan alat dan kebutuhan selama penelitian.
7. Tim zeolit (Fibri, Yuyud, Suci dan Domas), tim bentonit (Rizqia, Aldila, Anita, Cessa dan Ichi) dan teman-teman laboratorium kimia anorganik yang telah membantu dan memberikan dukungan selama pelaksanaan penelitian.
8. Devi, Vivi, Khusnul dan juga teman-teman dari Kimia A 2014, Kimia angkatan 2014 serta berbagai pihak yang telah

mendukung penulis selama penelitian dan penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penulisan, mohon maaf apabila terdapat kesalahan, semoga skripsi ini dapat memberi manfaat dan pengetahuan yang dibutuhkan oleh pembaca.

Malang, Juli 2018

**Penulis**





## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b>	<b>i</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b>	<b>iii</b>
<b>LEMBAR PERNYATAAN</b>	<b>iv</b>
<b>ABSTRAK</b>	<b>v</b>
<b>ABSTRACT</b>	<b>vi</b>
<b>KATA PENGANTAR</b>	<b>vii</b>
<b>DAFTAR ISI</b>	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b>	<b>xii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b>	<b>xv</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	<b>5</b>
1.1 Limbah Cair Tempe	5
1.2 Semikonduktor $\text{TiO}_2$	7
1.3 Dopan	8
1.4 Zeolit	9
1.5 Alginat	10
1.6 <i>Chemical Oxygen Demand</i> (COD)	11
1.7 Fotokatalis	12
1.8 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	13
1.9 <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	15
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>	<b>17</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	17
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	17
3.2.1 Alat Penelitian	17
3.2.2 Bahan Penelitian	17
3.3 Tahapan Penelitian	17
3.4 Prosedur Kerja Penelitian	18
3.4.1 Preparasi Limbah Cair Tempe	18
3.4.2 Preparasi Zeolit Alam dengan Aktivasi Asam	18
3.4.3 Preparasi Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$	19

3.4.4 Pengembangan $\text{TiO}_2\text{-N}$ pada Zeolit	19
3.4.5 Sintesis Granul $\text{TiO}_2\text{-N}$ -Zeolit/Alginat	19
3.4.5.1 Uji Fotodegradasi pada Limbah Cair Industri Tempe	19
3.4.5.2 Pengaruh Konsentrasi $\text{TiO}_2\text{-N}$ pada Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ -Zeolit/Alginat	20
3.4.5.3 Pengaruh Rasio Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ -Zeolit/Alginat dan Limbah Cair Industri Tempe Terhadap Degradasi Nilai COD Limbah Cair Industri Tempe	20
3.4.5.4 Pengaruh Lama Penyinaran pada Degradasi Nilai COD Limbah Cair Industri Tempe	20
3.4.6 Uji <i>Chemical Oxygen Demand</i> (COD)	21
3.5 Analisa Data	21
3.5.1 Penentuan Nilai COD	21
3.5.2 Penurunan Persentase Degradasi	22
<b>BAB IV PEMBAHASAN</b>	<b>23</b>
4.1 Preparasi Limbah Cair Tempe	23
4.2 Aktivasi Zeolit dan Sintesis Granul Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ -Zeolit/Alginat	23
4.3 Karakterisasi	26
4.3.1 Karakterisasi Fotokatalis Menggunakan <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	26
4.3.2 Karakterisasi Fotokatalis Menggunakan <i>Fourier Transformation Infra Red</i> (FT-IR)	28
4.4 Pengaruh Konsentrasi $\text{TiO}_2\text{-N}$ dalam Fotokatalis	31
4.5 Pengaruh Rasio Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ /Zeolit-Alginat dan Limbah Cair Industri Tempe Terhadap Degradasi Nilai COD Limbah Cair Industri Tempe	33
4.6 Pengaruh Lama Penyinaran pada Degradasi Nilai COD Limbah Cair Industri Tempe	35
<b>BAB V PENUTUP</b>	<b>37</b>
5.1 Kesimpulan	37
5.2 Saran	37
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	<b>39</b>
<b>LAMPIRAN</b>	<b>45</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	: Baku Mutu Air Limbah	5
Tabel 2.2	: Sifat fisik dan kimia Na-alginat dan Ca-alginat	11
Tabel 2.3	: Serapan gugus fungsional dari zeolit, kristal TiO <sub>2</sub> (anastase), dan TiO <sub>2</sub> -zeolit	15
Tabel 4.1	: Data serapan FT-IR	31
Tabel B.1	: Data nilai COD konsentrasi optimum TiO <sub>2</sub> N pada fotokatalis	47
Tabel B.2	: Data nilai COD rasio fotokatalis dan limbah	48
Tabel B.3	: Data nilai COD pengaruh lama penyinaran terhadap fotokatalis	49
Tabel C.1	: Data serapan TiO <sub>2</sub>	55
Tabel C.2	: Data serapan TiO <sub>2</sub> N	56
Tabel C.3	: Data serapan TiO <sub>2</sub> N-Zeolit	57
Tabel C.4	: Data serapan TiO <sub>2</sub> N-Zeolit/Alginat	58
Tabel C.5	: Data serapan zeolit aktivasi	59
Tabel C.6	: Data serapan zeolit alam	60

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	: Diagram alir proses pembuatan tempe	6
Gambar 2.2	: Struktur kristal $\text{TiO}_2$ (anatase)	7
Gambar 2.3	: Struktur kristal $\text{TiO}_2$ (rutil)	8
Gambar 2.4	: Struktur zeolit	9
Gambar 2.5	: Struktur Na-alginat	10
Gambar 2.6	: Hasil Karakterisasi SEM	14
	(a) Zeolit alam Malang aktivasi (perbesaran 5500x)	
	(b) $\text{TiO}_2$	
	(c) $\text{TiO}_2\text{N}$	
Gambar 4.1	: Interaksi yang terjadi antara zeolit-alginat	25
Gambar 4.2	: Hasil Karakterisasi SEM	
	(a) $\text{TiO}_2$ (perbesaran 3000x)	
	(b) $\text{TiO}_2$ (perbesaran 8000x)	
	(c) $\text{TiO}_2$ (perbesaran 10000x)	
Gambar 4.3	: Hasil Karakterisasi SEM	27
	(a) $\text{TiO}_2\text{-N}$ (perbesaran 3000x)	
	(b) $\text{TiO}_2\text{-N}$ (perbesaran 8000x)	
	(c) $\text{TiO}_2\text{-N}$ (perbesaran 10000x)	
Gambar 4.4	: Hasil Karakterisasi SEM	27
	(a) $\text{TiO}_2\text{N-zeolit}$ (perbesaran 3000x)	
	(b) $\text{TiO}_2\text{N-zeolit}$ (perbesaran 8000x)	
	(c) $\text{TiO}_2\text{N-zeolit}$ (perbesaran 10000x)	
Gambar 4.5	: Hasil Karakterisasi SEM	28
	(a) $\text{TiO}_2\text{N-zeolit/alginat}$ (perbesaran 3000x)	
	(b) $\text{TiO}_2\text{N-zeolit/alginat}$ (perbesaran 8000x)	
	(c) $\text{TiO}_2\text{N-zeolit/alginat}$ (perbesaran 10000x)	
Gambar 4.6	: Spektra $\text{TiO}_2$ dan $\text{TiO}_2\text{-N}$	29
Gambar 4.7	: Spektra Zeolit aktivasi, $\text{TiO}_2\text{N-zeolit}$ , dan $\text{TiO}_2\text{N-zeolit/alginat}$	30
Gambar 4.8	: Grafik hubungan massa $\text{TiO}_2\text{-N}$ fotokatalis terhadap penurunan nilai COD (%) limbah cair industri tempe	32
Gambar 4.9	: Grafik hubungan rasio fotokatalis dan volume limbah cair industri tempe terhadap penurunan nilai COD (%) limbah cair industri tempe	33

	(dengan penggunaan konsentrasi optimum 1,5 (g/g zeolit)	
Gambar 4.10	: Grafik hubungan lama penyinaran terhadap penurunan nilai COD (%) limbah cair industri tempe (dengan penggunaan konsentrasi optimum 1,5 (g/g zeolit), dan rasio fotokatalis dengan limbah adalah 1:3)	35
Gambar B.1	: Grafik hubungan massa $\text{TiO}_2\text{-N}$ fotokatalis terhadap penurunan nilai COD (%) limbah cair industri tempe	47
Gambar B.2	: Grafik hubungan rasio fotokatalis dan volume limbah cair industri tempe terhadap penurunan nilai COD (%) limbah cair industri tempe (dengan penggunaan konsentrasi optimum 1,5 (g/g zeolit)	48
Gambar B.3	: Grafik hubungan lama penyinaran terhadap penurunan nilai COD (%) limbah cair industri tempe (dengan penggunaan konsentrasi optimum 1,5 (g/g zeolit), dan rasio fotokatalis dengan limbah adalah 1:3)	49
Gambar C.1	: Hasil Karakterisasi SEM (a) $\text{TiO}_2$ (perbesaran 3000x) (b) $\text{TiO}_2$ (perbesaran 5000x) (c) $\text{TiO}_2$ (perbesaran 8000x) (d) $\text{TiO}_2$ (perbesaran 10000x)	51
Gambar C.2	: Hasil Karakterisasi SEM (a) $\text{TiO}_2\text{-N}$ (perbesaran 3000x) (b) $\text{TiO}_2\text{-N}$ (perbesaran 5000x) (c) $\text{TiO}_2\text{-N}$ (perbesaran 8000x) (d) $\text{TiO}_2\text{-N}$ (perbesaran 10000x)	52
Gambar C.3	: Hasil Karakterisasi SEM (a) $\text{TiO}_2\text{N-zeolit}$ (perbesaran 3000x) (b) $\text{TiO}_2\text{N-zeolit}$ (perbesaran 5000x) (c) $\text{TiO}_2\text{N-zeolit}$ (perbesaran 8000x) (d) $\text{TiO}_2\text{N-zeolit}$ (perbesaran 10000x)	53
Gambar C.4	: Hasil Karakterisasi SEM (a) $\text{TiO}_2\text{N-zeolit/alginat}$ (perbesaran 3000x) (b) $\text{TiO}_2\text{N-zeolit/alginat}$ (perbesaran 5000x)	54

	(c) $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolit/alginate (perbesaran 8000x)	
	(d) $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolit/alginate (perbesaran 10000x)	
Gambar C.5	: Spektra $\text{TiO}_2$	55
Gambar C.6	: Spektra $\text{TiO}_2\text{N}$	56
Gambar C.7	: Spektra $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolit	57
Gambar C.8	: Spektra $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolit/alginate	58
Gambar C.9	: Spektra zeolit aktivasi	59
Gambar C.10	: Spektra zeolit alam	60
Gambar D.1	: Zeolit teraktivasi	61
Gambar D.2	: Pembuatan <i>beads</i>	61
Gambar D.3	: <i>Beads</i> yang diperoleh	61
Gambar D.4	Penyinaran limbah cair industri tempe : menggunakan sinar UV	61
Gambar D.5	Analisa COD limbah cair industri tempe	61



**DAFTAR LAMPIRAN**

Lampiran A.	Tahapan Penelitian	45
Lampiran B.	Perhitungan dan Preparasi Larutan	46
B.1	Pembuatan larutan NaOH 0,4 M	46
B.2	Pembuatan Larutan $K_2Cr_2O_7$ 0,25 N	46
B.3	Pembuatan Larutan Besi(II)Amonium Sulfat	46
B.4	Pembuatan larutan $CaCl_2$ 3%	47
B.5	Perhitungan Nilai COD	47
Lampiran C.	Data Hasil Percobaan	51
C.1	Karakterisasi Fotokatalis dengan SEM	51
C.2	Karakterisasi Fotokatalis dengan Spektrofotometer FT-IR	55
Lampiran D.	Foto Penelitian	61



## BAB I PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara produsen tempe terbesar di dunia dan merupakan pasar kedelai terbesar di Asia. Sebanyak 50% dari konsumsi kedelai Indonesia dijadikan untuk memproduksi tempe, 40% tahu, dan 10% dalam bentuk produk lain (seperti tauco, kecap, dan lain-lain) [1].

Proses produksi tempe, memerlukan banyak air yang digunakan untuk perendaman, perebusan, pencucian serta pengupasan kulit kedelai. Limbah yang diperoleh dari proses proses tersebut diatas dapat berupa limbah cair maupun limbah padat. Limbah cair berupa air bekas rendaman kedelai dan air bekas rebusan kedelai masih dibuang langsung diperairan disekitarnya. Jika limbah tersebut langsung dibuang keperairan maka dalam waktu yang relatif singkat akan menimbulkan bau busuk dari gas  $H_2S$ , amoniak ataupun fosfin sebagai akibat dari terjadinya fermentasi limbah organik tersebut [2]. Limbah cair industri tempe merupakan salah satu sumber pencemar lingkungan. Industri tempe banyak mengandung bahan organik dan padatan terlarut [3]. Teknologi pengolahan air limbah dapat dilakukan dengan proses fotokatalis. Fotokatalis merupakan reaksi kimia yang berjalan dengan bantuan katalis dan katalis tersebut aktif ketika disinari cahaya. Material fotokatalis yang banyak menjadi fokus riset para peneliti dunia adalah Titanium Dioksida ( $TiO_2$ ). Untuk mengaktifkan katalis  $TiO_2$  dibutuhkan energi foton dengan panjang gelombang yang kecil [4].

Aktivitas fotokatalitik dari  $TiO_2$  dapat ditingkatkan dengan penambahan suatu dopan. Dopan yang dapat digunakan  $TiO_2$  untuk menurunkan *band gap*  $TiO_2$ , yaitu menambahkan dopan seperti Cr, Fe, Co, Mo, N dan C [5]. Urea merupakan hidrokarbon dengan kandungan nitrogen yang tinggi, mudah didapat serta relatif murah sehingga cukup potensial digunakan sebagai sumber nitrogen untuk pembuatan  $TiO_2$ -dopan-N [6]. Selain dengan penambahan dopan pada matriks  $TiO_2$ , pemberian pengemban seperti zeolit juga dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik dari  $TiO_2$ . Berdasarkan penelitian Hartoyo dkk, [7] material  $TiO_2$  yang teremban pada zeolit memiliki fungsi ganda yaitu sebagai adsorben dan fotokatalis yang



mampu menyerap dan menguraikan surfaktan LAS dengan efektivitas sebesar 94,30%. Riyani, dkk [6] juga melakukan uji aktivitas fotokatalis dilakukan menggunakan sinar matahari sebagai sumber energinya dengan lama penyinaran 5 jam. Penambahan Urea pada fotokatalis  $\text{TiO}_2$  akan meningkatkan aktivitas fotokatalis, perbandingan molar  $\text{TiO}_2$ :Urea optimum pada perbandingan 90:10, dengan persen penurunan COD sebesar 72,73 %. Lestari, dkk [8] melakukan variasi lama penyinaran dilakukan selama 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 90 dan 120 menit. Hasil penelitian menunjukkan bahwa penyinaran sinar matahari memberikan hasil degradasi paling baik dibandingkan sinar UV, lama penyinaran optimum sinar matahari adalah 50 menit dengan degradasi sebesar 96,81%. Fraditasari, dkk [9] melakukan variasi konsentrasi  $\text{TiO}_2$ -N yang digunakan sebesar 1,6; 3,2; 4,8; 6,4; dan 8,0 g/L pada penyinaran sinar UV maupun sinar matahari selama 3 jam. Berdasarkan hasil uji statistika, konsentrasi  $\text{TiO}_2$ -N yang paling optimum untuk degradasi *methyl orange* adalah sebesar 3,2 g/L dengan persen degradasi sebesar 93,93%.

Keuntungan lain dengan adanya fotokatalis yang menempel stabil pada permukaan pengemban ialah dapat digunakan hingga beberapa kali proses fotodegradasi (*reusable*). Fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dapat dibuat dengan bentuk granul untuk mempermudah proses fotodegradasi. Pembuatan granul dilakukan dengan penambahan alginat. alginat bersifat sebagai pembentuk gel dan pengental, selain itu juga bermanfaat sebagai pengisi, pengikat, dan penghancur [10]. Fotokatalis dengan semikonduktor  $\text{TiO}_2$  dengan dopan N yang teremban zeolit dan alginat diharapkan dapat mendegradasi limbah cair tempe lebih optimal. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum degradasi limbah cair tempe dengan menggunakan fotokatalis yang teremban pada zeolit dengan bentuk granul menggunakan alginat.

## 1.2 Rumusan Masalah

Permasalahan yang dapat dirumuskan berdasarkan latar belakang, yaitu :

1. Bagaimana karakteristik fotokatalis granul  $\text{TiO}_2$ -N-zeolit/alginat dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM), dan *Fourier Transformation Infra Red* (FT-IR)?

2. Bagaimana pengaruh konsentrasi fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -N-zeolit/alginat terhadap penurunan degradasi nilai COD limbah cair industri tempe?
3. Bagaimana pengaruh rasio fotokatalis dan lama penyinaran terhadap degradasi nilai COD limbah cair industri tempe?

### 1.3 Batasan Masalah

Berdasarkan uraian perumusan masalah, maka penelitian ini dibatasi pada:

1. Limbah cair tempe yang digunakan berasal dari pembuatan tempe berskala *home industry* di Desa Sanan, Kelurahan Purwantoro, Kecamatan Blimbing, Kota Malang.
2.  $\text{TiO}_2$  sebagai fotokatalis berasal dari  $\text{TiO}_2$  *pro analyst*.
3. Dopan N yang digunakan berasal dari urea *farmasi grade*.
4. Alginat yang digunakan jenis *farmasi grade* Ocean Fresh.
5. Perbandingan  $\text{TiO}_2$ :N adalah 10:1.
6. Pengembangan fotokatalis digunakan zeolit dengan ukuran 200 *mesh*.
7. Reaktor UV yang digunakan terbuat dari bahan kayu dengan lapisan *aluminium foil* yang berukuran 40 x 40 x 40  $\text{cm}^3$ .
8. Jenis lampu UV yang digunakan Sankyo 10 watt dengan  $\lambda$  352 nm.
9. Pengukuran degradasi limbah dilakukan dengan menggunakan nilai COD.

### 1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini yaitu :

1. Mengetahui karakteristik fotokatalis granul  $\text{TiO}_2$ -N-zeolit/alginat dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM), dan *Fourier Transformation Infra Red* (FT-IR).
2. Mengetahui pengaruh konsentrasi fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -N-zeolit/alginat terhadap penurunan degradasi nilai COD limbah cair industri tempe

3. Mengetahui pengaruh rasio fotokatalis dan lama penyinaran terhadap degradasi nilai COD limbah cair industri tempe

### 1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini adalah dapat mengetahui dan mempelajari efektivitas fotokatalis granul  $\text{TiO}_2$ -N-zeolit/alginat dalam mendegradasi limbah cair tempe. Selain itu, memberikan informasi pengaruh rasio fotokatalis dan lama penyinaran dengan limbah cair tempe menggunakan fotokatalis granul  $\text{TiO}_2$ -N-zeolit/alginat.



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

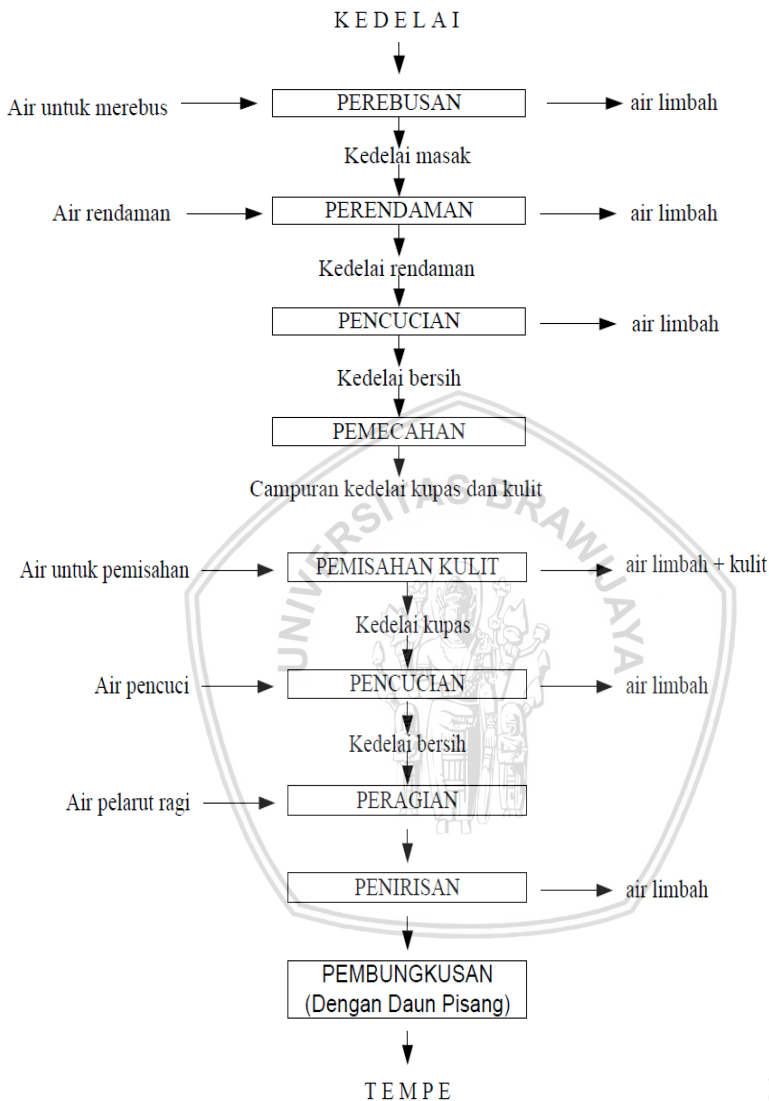
#### 2.1 Limbah Cair Tempe

Proses produksi tempe, memerlukan banyak air yang digunakan untuk perendaman, perebusan, pencucian serta pengupasan kulit kedelai. Limbah yang diperoleh dari proses tersebut diatas dapat berupa limbah cair maupun limbah padat. Limbah cair berupa air bekas rendaman kedelai dan air bekas rebusan kedelai masih dibuang langsung diperairan disekitarnya. Jika limbah tersebut langsung dibuang keperairan maka dalam waktu yang relatif singkat akan menimbulkan bau busuk dari gas  $H_2S$ , amoniak ataupun fosfin sebagai akibat dari terjadinya fermentasi limbah organik tersebut [2].

Suhu limbah cair yang berasal dari rebusan kedelai mencapai  $75^{\circ}C$ . Apabila setiap hari perairan memperoleh pasokan limbah cair dengan suhu yang tinggi maka akan membahayakan kehidupan organisme air. Air sungai yang suhunya naik akan mengganggu kehidupan hewan maupun tanaman air karena kadar oksigen terlarut akan turun bersamaan dengan kenaikan suhu. Menurunnya kadar oksigen terlarut juga disebabkan adanya kandungan bahan organik dan mikroorganisme dalam air limbah kedelai sehingga nilai COD meningkat. Apabila suplai oksigen terus menurun, keseimbangan ekologi air terganggu bahkan dapat menyebabkan kematian ikan dan biota perairan lainnya [2]. Gambar 2.1 merupakan diagram alir proses pembuatan tempe dan limbah yang dihasilkan. Air limbah yang dibuang ke perairan harus memenuhi baku mutu air limbah yang telah ditetapkan seperti pada Tabel 2.1.

**Tabel 2.1: Baku Mutu Air Limbah [11]**

Parameter	Tahu Kadar maksimum (mg/L)	Kecap Kadar maksimum (mg/L)	Tempe Kadar maksimum (mg/L)
BOD	150	150	150
COD	300	300	300
TSS	100	100	100



Acti  
Go to

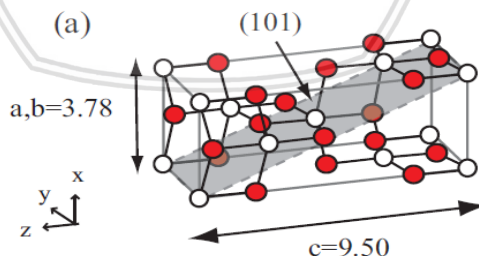
**Gambar 2.1: Diagram Alir Proses Pembuatan Tempe [2]**

## 2.2 Semikonduktor $\text{TiO}_2$

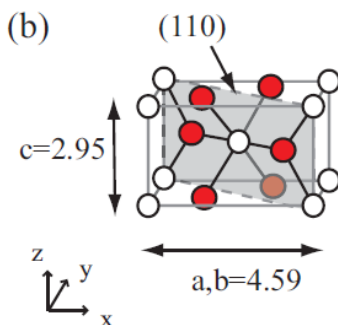
Fotodegradasi adalah proses peruraian suatu senyawa (biasanya senyawa organik) dengan bantuan energi foton. Proses fotodegradasi memerlukan suatu fotokatalis, yang umumnya merupakan bahan semikonduktor [3]. Proses degradasi dilakukan dengan menguraikan senyawa menjadi senyawa yang lebih sederhana [12]. Kelebihan metode fotodegradasi antara lain lebih hemat dalam biaya dan energi, selain itu limbah setelah degradasi tidak berbahaya.

Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) merupakan bahan semikonduktor yang relatif inert dibandingkan dengan senyawa-senyawa lain dan juga berfungsi sebagai fotokatalis yang memiliki fotoaktivitas dan stabilitas tinggi [5].  $\text{TiO}_2$  mengabsorpsi sinar UV yang memiliki energi hampir sama dengan celah energinya yaitu 3,2 eV [13].

Sifat fisis dan kimia dari  $\text{TiO}_2$  dipengaruhi oleh ukuran, morfologi dan struktur kristalnya yang diantaranya yaitu anatase, rutil dan brookite. Kristal  $\text{TiO}_2$  fase anatase memiliki kemampuan yang lebih aktif daripada rutil. Anatase dianggap sebagai fase yang paling menguntungkan untuk digunakan sebagai fotokatalis dan konversi solar energi.  $\text{TiO}_2$  hanya mampu menyerap sinar ultraviolet (350-380 nm) [14]. Perbedaan keduanya terletak pada distorsi struktur oktahedron. Anatase memiliki distorsi yang lebih besar sehingga strukturnya asimetris, berbeda dengan rutil yang struktur oktahedronnya sedikit distorsi orthorombik [15]. Perbedaan struktur keduanya terdapat pada Gambar 2.2 dan Gambar 2.3.



**Gambar 2.2: Struktur kristal  $\text{TiO}_2$  (anatase) [16]**



**Gambar 2.3: Struktur kristal  $\text{TiO}_2$  (rutil) [16]**

### 2.3 Dopan

Aktivitas fotokatalitik dari  $\text{TiO}_2$  dapat ditingkatkan dengan penambahan suatu dopan. *Doping* merupakan suatu proses memasukkan atom lain yang disebut dopan untuk memperbaiki sifat-sifat bahan sesuai kebutuhannya. Elemen dopan tersebut akan membentuk matriks katalis baru dengan energi celah lebih rendah [6].

Efisiensi dari  $\text{TiO}_2$  dapat ditingkatkan dengan menurunkan *band gap*  $\text{TiO}_2$ , yaitu menambahkan dopan seperti Cr, Fe, Co, Mo, N dan C [5]. Modifikasi fotokatalis  $\text{TiO}_2$  melibatkan pengantar (doping) dari logam dan spesies bukan logam. Urea merupakan hidrokarbon dengan kandungan nitrogen yang tinggi, mudah didapat serta relatif murah sehingga cukup potensial digunakan sebagai sumber nitrogen untuk pembuatan  $\text{TiO}_2$ -dopan-N yang diharapkan aktif pada daerah sinar tampak dan efisien menggunakan sinar matahari sebagai sumber cahaya [6].

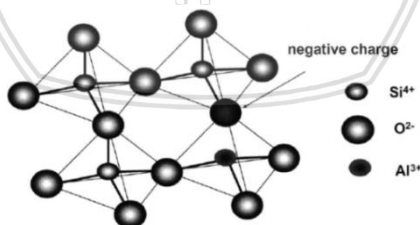
Penambahan dopan N pada  $\text{TiO}_2$  akan mesubstitusi atom O pada N yang mengakibatkan berubahnya muatan pada semikonduktor  $\text{TiO}_2$ . Semikonduktor memiliki dua tipe yaitu tipe p (positif) dan n (negatif) yang dibedakan berdasarkan elektron valensi. Semikonduktor p terbentuk karena adanya substitusi material yang memiliki elektron valensi lebih sedikit dengan material yang digantikan. Substitusi dilakukan melalui empat lapisan luar elektron. Bila kedua jenis material tersebut bertemu satu dengan lainnya, maka atom silikon dari kedua jenis atom ini tidak bisa berbagi elektron

sehingga arus listrik dapat mengalir dengan mudah dimana lowongan ini disebut *hole*. Tipe semikonduktor tersebut adalah positif karena jumlah elektron yang lebih sedikit sehingga muatan listrik bersifat positif [17].

Sedangkan semikonduktor tipe n dibuat dengan substitusi material yang memiliki elektron valensi lebih banyak dibanding material yang digantikan. Elektron bebas yang tersisa digunakan untuk berikatan dengan silikon. Satu elektron tetap bertahan sebagai kelebihan di dalam oktet, sehingga daya hantar elektron tersebut bisa bergerak bebas melalui elektron yang tertinggal. Semikonduktor tersebut disebut tipe negatif karena arus listriknya diasumsikan adalah negatif [17].

## 2.4 Zeolit

Zeolit adalah mineral kristal alumina silika tetrahidrat berpori yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi, terbentuk oleh tetrahedral  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{AlO}_4]^{5-}$  yang saling terhubung oleh atom-atom oksigen sedemikian rupa, sehingga membentuk kerangka tiga dimensi terbuka yang mengandung kanal-kanal dan rongga-rongga, yang didalamnya terisi oleh ion-ion logam, biasanya adalah logam-logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas [18]. Zeolit alam telah dikenal sejak lama sebagai adsorben yang efektif untuk berbagai peruntukan termasuk untuk pengolahan limbah [19]. Struktur zeolit terdapat pada Gambar 2.4.



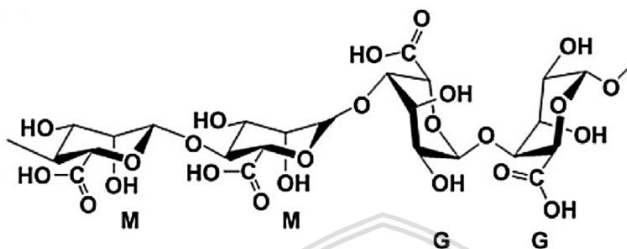
**Gambar 2.4: Struktur zeolit [20]**

Pemberian pengemban zeolit juga dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik pada  $\text{TiO}_2$  [21]. Berdasarkan penelitian Hartoyo dkk, [7] material  $\text{TiO}_2$  yang teremban pada zeolit memiliki fungsi ganda yaitu sebagai adsorben dan fotokatalis yang mampu menjerap dan menguraikan surfaktan LAS dengan efektivitas sebesar 94,30%.



Keuntungan lain dengan adanya fotokatalis yang menempel stabil pada permukaan pengemban ialah dapat digunakan hingga beberapa kali proses fotodegradasi (reusable) [22].

## 2.5 Alginat



**Gambar 2.5: Struktur Na-alginat [23]**

Natrium alginat berasal dari asam alginat, merupakan garam natrium. Rumus molekul natrium alginat dapat ditulis  $(C_6H_7O_6Na)_n$  dengan berat molekul 198,11 g/mol dengan pH natrium alginat 7,2 dalam 1 % larutan air dengan titik lebur lebih dari  $300^{\circ}\text{C}$ . Natrium alginat memiliki viskositas beragam bergantung pada konsentrasi, temperatur, pH, serta ada tidaknya ion logam. Natrium alginat bersifat sebagai pembentuk gel dan pengental, selain itu juga bermanfaat sebagai pengisi, pengikat, dan penghancur [10]. Manfaat lain dari natrium alginat antara lain mudah dalam penggunaan, tidak membutuhkan perlengkapan khusus saat pengadukan, tidak bersifat toksik, serta ekonomis [22]. Struktur natrium alginat terdapat pada Gambar 2.5. Natrium alginat salah satu bentuk garam yang mudah larut dalam air dan ketika membentuk gel tidak larut dalam air karena berinteraksi dengan kation divalen salah satunya  $\text{Ca}^{2+}$ . Reaksi natrium alginat dengan kation  $\text{Ca}^{2+}$  membentuk kalsium alginat yang membentuk sifat baru. Hasil reaksi membentuk ikatan *cross linking* dengan jaringan 3 dimensi. Perbedaan sifat fisik dan kimia natrium alginat dan kalsium alginat terdapat pada Tabel 2.2.

**Tabel 2.2 Sifat fisik dan kimia Na-alginat dan Ca-alginat [24, 25]**

Sifat	Na-alginat	Ca-alginat
<b>Wujud</b>	Padat	Padat
<b>Warna</b>	Putih gading	Putih hingga kuning kecoklatan
<b>Bau</b>	Tidak berbau	Tidak berbau
<b>Ph</b>	4,0 - 10,0	6,0 - 9,5
<b>Kelarutan</b>	Larut dalam air dingin dan panas	Tidak larut dalam air
<b>Stabilitas</b>	Temperatur normal	Temperatur dan tekanan normal
<b>Rumus kimia</b>	$(C_6H_7O_6Na)_n$	$(C_{12}H_{14}CaO_{12})_n$

## 2.6 Chemical Oxygen Demand (COD)

*Chemical Oxygen Demand* (COD) merupakan banyaknya oksigen yang dibutuhkan untuk mengoksidasi senyawa organik secara kimiawi. COD merupakan uji yang dilakukan untuk menentukan kandungan senyawa organik biodegradable (mudah terurai) dan non-biodegradable (tidak mudah terurai). Tes COD digunakan untuk menghitung kadar bahan organik yang dapat dioksidasi secara kimia dengan menggunakan dikromat dalam media asam [26].

Pada daerah yang mengandung limbah organik tinggi dapat menyebabkan tingginya nilai COD akibat buangan limbah ke perairan. Limbah dapat berasal dari limbah rumah tangga dan limbah industri. Nilai COD meningkat seiring dengan meningkatnya kandungan bahan organik di dalam perairan [27]. Berikut rumus COD yang digunakan [28]:

$$Kadar\ COD\ \left(\frac{mg}{L}\right) = \frac{(A-B) \times N \times 8000}{mL\ sampel} \quad (2.1)$$

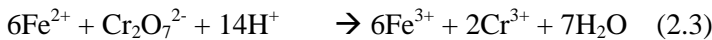
Keterangan:

A = Volume pentiter untuk blanko (mL)

B = Volume pentiter untuk sampel (mL)

N = Konsentrasi ferro ammonium sulfat (FAS) (N)

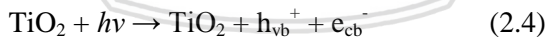
Penentuan nilai COD dilakukan dengan menggunakan dikromat yang akan bereaksi dengan zat organik yang terkandung dalam limbah dengan asam sulfat sebagai katalis. Dikromat yang tidak bereaksi atau yang tersisa akan dititrasi dan bereaksi dengan larutan besi amonium sulfat. Reaksi yang terjadi pada penentuan nilai COD adalah sebagai berikut [29]:



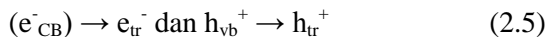
Indikator ferroin digunakan untuk menentukan titik akhir titrasi yaitu disaat warna hijau-biru larutan berubah menjadi coklat-merah. Sisa  $K_2Cr_2O_7$  dalam larutan blanko adalah  $K_2Cr_2O_7$  awal, karena diharapkan blanko tidak mengandung zat organik yang dapat dioksidasi oleh  $K_2Cr_2O_7$  [29].

## 2.7 Fotokatalisis

Fotokatalisis merupakan suatu proses kombinasi antara proses kimia dan katalis, yaitu suatu proses sintesis secara kimiawi dengan melibatkan cahaya sebagai pemicu dan katalis sebagai pemercepat proses transformasi tersebut. Tipe katalis yang efektif digunakan pada proses fotokatalitik, yaitu oksida logam misalnya  $ZnO$ ,  $WO_3$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $CdSe$ ,  $SnO_2$  tetapi beberapa penelitian membuktikan bahwa  $TiO_2$  yang berada dalam larutan tersuspensi merupakan katalis yang sangat efektif dan efisien digunakan dalam fotokatalitik [30]. Mekanisme proses fotokatalitik semikonduktor  $TiO_2$  ditunjukkan pada persamaan reaksi 2.4 [31]:



$TiO_2$  yang dikenai cahaya UV dengan energi  $h\nu$  mengakibatkan terjadi eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi, dan meninggalkan lubang pada pita valensi ( $h_{vb}^+$ ).



Sebagian elektron yang berada pada pita konduksi ( $e_{cb}^-$ ) dan lubang pada pita valensi terjebak pada permukaan semikonduktor.



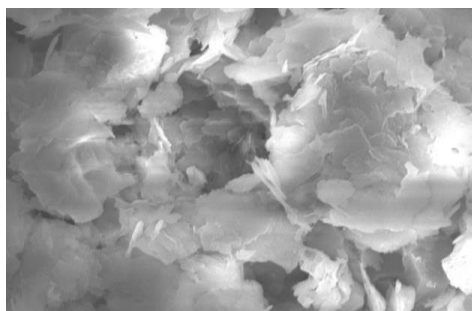
Lubang yang terdapat pada permukaan semikonduktor ( $h_{tr}^+$ ) mengoksidasi air atau ion  $OH^-$  membentuk radikal hidroksil yang selanjutnya berperan sebagai agen detoksikasi.



Elektron yang berada pada permukaan semikonduktor ( $e_{tr}^-$ ) menangkap oksigen dan membentuk ion superoksida ( $O_2^-$ ) yang dapat menguraikan senyawa polutan

## 2.8 Scanning Electron Microscopy (SEM)

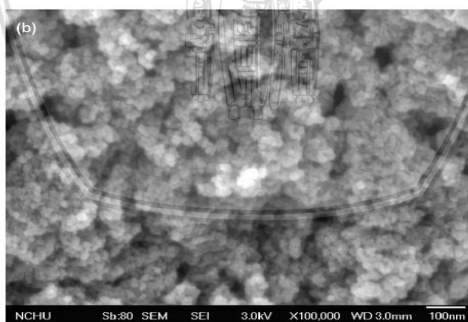
*Scanning Electron Microscopy* (SEM) merupakan sejenis mikroskop yang menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk melihat benda dengan resolusi tinggi. Analisis SEM bermanfaat untuk mengetahui mikrostruktur (termasuk porositas dan bentuk retakan) benda padat. Berkas sinar elektron dihasilkan dari filamen yang dipanaskan, disebut *electron gun*. Sebuah ruang vakum diperlukan untuk preparasi cuplikan. Cara kerja SEM adalah gelombang elektron yang dipancarkan *electron gun* terkondensasi di lensa kondensor dan terfokus sebagai titik yang jelas oleh lensa objektif. Scanning coil yang diberi energi menyediakan medan magnetik bagi sinar elektron. Berkas sinar elektron yang mengenai cuplikan menghasilkan elektron sekunder dan kemudian dikumpulkan oleh detektor sekunder atau detektor backscatter. Gambar yang dihasilkan terdiri dari ribuan titik berbagai intensitas di permukaan *Cathode Ray Tube* (CRT) sebagai topografi gambar. Pada sistem ini berkas elektron dikonsentrasikan pada spesimen, bayangannya diperbesar dengan lensa objektif dan diproyeksikan pada layar [32]. Hasil karakterisasi menggunakan SEM dari zeolit,  $TiO_2$ , dan  $TiO_2$ -N terdapat pada Gambar 2.6. Dari gambar yang dihasilkan dapat dilihat bahwa  $TiO_2$ N memiliki permukaan yang lebih rapat dibandingkan dengan  $TiO_2$  [33].



(a)



(b)



(c)

**Gambar 2.6:** Hasil Karakterisasi SEM dari (a) Zeolit alam Malang aktivasi (perbesaran 5500x) [34], (b)  $\text{TiO}_2$  [33], (c)  $\text{TiO}_2\text{N}$  [33].

## 2.9 Fourier Transformation Infra Red (FT-IR)

Spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) adalah salah satu instrumen yang dapat digunakan untuk identifikasi mineral secara kualitatif dan mulai dikembangkan untuk identifikasi secara kuantitatif. Analisis pada spektroskopi FTIR bergantung pada getaran molekul sehingga dapat digunakan untuk identifikasi mineral, karena mineral memiliki karakteristik spektra penyerapan dalam *midrange* pada inframerah ( $4000\text{--}400\text{ cm}^{-1}$ ). Selain itu, spektroskopi FTIR memiliki kemampuan yang cepat dalam menganalisis, bersifat tidak merusak dan hanya dibutuhkan preparasi sampel yang sederhana [35]. Tabel 2.3 merupakan hasil karakterisasi menggunakan FTIR dari zeolit, kristal  $\text{TiO}_2$  (anatase), dan  $\text{TiO}_2$ -Zeolit.

**Tabel 2.3: Serapan gugus fungsional dari Zeolit, kritical  $\text{TiO}_2$  (anastase), dan  $\text{TiO}_2$ -Zeolit [36]**

Zeolit ( $\text{cm}^{-1}$ )	$\text{TiO}_2$ ( $\text{cm}^{-1}$ )	$\text{TiO}_2$ -Zeolit ( $\text{cm}^{-1}$ )	Serapan gugus fungsional
3444,6	3448,5	3436,9	OH regang dari OH oktahedral dan atau $\text{H}_2\text{O}$
-	2307,7	-	Serapan Ti-O
1639,4	1639,4	1639,4	O-H tekuk dari $\text{H}_2\text{O}$
1400,0	-	-	Bahan organik
1049,2	-	1045,3	Regangan asimetris internal O-T-O (O-Si-O/O-Al-O)
794,6	-	-	Regangan simetri eksternal O-T-O (O-Si-O/O-Al-O)
-	690,5 – 420,5	-	Karakter $\text{TiO}_2$
447,5	-	412,7	Si-O-Si tekuk



## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dan perancangan alat dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang selama tiga bulan mulai Februari sampai April 2018.

#### 3.2 Alat dan Bahan Penelitian

##### 3.2.1 Alat-Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain peralatan gelas, cawan porselen, mortar dan penggerus porselin, ayakan berukuran 200 *mesh*, kertas saring, desikator, neraca analitik *Ohaus*, *magnetic stirrer*, *motor rotary* model *Thermo Scientific*, oven *Fischer Scientific Isotemp* 655F, tanur *furnace* 6000 *Branstead Thermolyne*, Sonikator 2210 (47 kHz), *Syringe Pump* BYZ-810T, pH universal, 2 buah lampu UV 10 watt merk *sankyo* 352 nm dan instrumentasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) merk *FEI* type *Inspect*, Spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) merk *Shimadzu* Ir-Prestige 21.

##### 3.2.2 Bahan-Bahan Penelitian

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah Zeolit, sedangkan bahan kimia yang digunakan yaitu  $\text{TiO}_2$  (p.a),  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat (98 %, bj = 98 g/mL), urea (f.g), alginat *Ocean fresh* (p.a), etanol 96 %,  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{HgSO}_4$  (p.a),  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (p.a), ammonium besi sulfat (p.a), indikator ferroin (*Merck*) dan akuades.

#### 3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap meliputi:

1. Preparasi limbah cair tempe.
2. Preparasi zeolit dengan aktivasi asam.
3. Pengembanan  $\text{TiO}_2$ -N pada zeolit hasil preparasi.
4. Sintesis fotokatalis granul  $\text{TiO}_2$ -N-zeolit/alginat.
5. Karakterisasi  $\text{TiO}_2$ -N-zeolit-alginat.
6. Uji fotodegradasi limbah cair tempe.



- a. Pengaruh konsentrasi  $\text{TiO}_2\text{-N}$  pada pengemban terhadap degradasi limbah cair tempe.
  - b. Pengaruh rasio limbah dan fotokatalis terhadap degradasi limbah cair tempe.
  - c. Pengaruh lama penyinaran terhadap degradasi limbah cair tempe.
7. Penentuan nilai COD limbah cair tempe.
  8. Analisa data.

### 3.4 Prosedur Kerja Penelitian

#### 3.4.1 Preparasi Limbah Cair Tempe

Limbah cair tempe yang digunakan sebagai sampel adalah limbah rebusan kedelai yang diambil sebelum dibuang ke perairan. Setiap pengukuran nilai COD limbah menggunakan limbah baru yang diambil dari *home industry* di daerah Sanan. Limbah rebusan berwarna kuning keruh. pH limbah adalah 5 yang diukur dengan pH universal. Sebelum limbah digunakan, disaring menggunakan kertas saring untuk memisahkan filtrat dan endapan. Filtrat diperoleh berupa cairan berwarna coklat muda yang selanjutnya digunakan untuk pengukuran nilai COD.

#### 3.4.2 Preparasi Zeolit Alam dengan Aktivasi Asam

Zeolit alam dihaluskan menggunakan mortar dan penggerus porselin kemudian diayak dengan menggunakan ayakan 150 mesh. Zeolit yang lolos dalam ayakan tersebut kemudian diayak kembali menggunakan ayakan berukuran 200 mesh. Setiap 50 gram zeolit alam yang lolos dari ayakan 200 mesh dicuci dengan menggunakan 250 mL akuades dalam erlenmeyer 250 mL dengan diaduk dengan menggunakan magnetik stirrer selama 15 menit. Suspensi disaring dengan menggunakan kertas saring dan endapan yang diperoleh dikeringkan hingga kering pada suhu  $\pm 110^\circ\text{C}$ .

Zeolit yang telah dicuci sebanyak  $\pm 96$  gram dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, masing-masing 16 g ditambahkan dengan 150 mL HCl 0,4 M. Erlenmeyer ditutup dengan aluminium foil kemudian di shaker selama 4 jam dengan kecepatan 100 rpm. Zeolit disaring dan dicuci menggunakan akuades hingga filtrat bebas dari ion  $\text{Cl}^-$ . Uji filtrat bebas ion  $\text{Cl}^-$  dilakukan dengan mendeteksi pH filtrat hingga sama dengan pH akuades. Zeolit yang telah bebas dari

ion  $\text{Cl}^-$  dikeringkan dalam oven hingga kering, kemudian dilakukan kalsinasi pada suhu  $500^\circ\text{C}$  selama 5 jam. Hasil zeolit teraktivasi selanjutnya ditimbang.

### 3.4.3 Preparasi Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$

Pembuatan  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dibuat dengan perbandingan massa  $\text{TiO}_2\text{:Urea}$  (10:1 b/b) dengan cara mencampurkan 2,4 g  $\text{TiO}_2$ , 0,24 g urea dan 5 mL akuademineralisasi dalam erlenmeyer, kemudian dilakukan sonikasi selama 30 menit dan dipanaskan diatas pemanas *hot plate* hingga akuademineralisasi menguap. Selanjutnya suspensi dipindahkan di dalam oven pada suhu  $110^\circ\text{C}$  dan dikalsinasi pada temperatur  $300^\circ\text{C}$  selama 2 jam.

### 3.4.4 Pengembangan $\text{TiO}_2\text{-N}$ pada Zeolit

Pembuatan  $\text{TiO}_2\text{-N}$  yang diimpregnasi pada zeolit dilakukan dengan cara mencampurkan  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dengan variasi 0,9; 1,2; 1,5; 1,8 (g/g zeolit) teraktivasi ditambah 10 mL etanol 96 % dalam gelas beker 50 mL, kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 5 jam.  $\text{TiO}_2\text{-N}$ -zeolit yang terbentuk dikeringkan dalam oven pada temperatur  $120^\circ\text{C}$  selama 5 jam. Setelah kering  $\text{TiO}_2\text{-N}$ -zeolit dikalsinasi pada temperatur  $500^\circ\text{C}$  selama 5 jam.

### 3.4.5 Sintesis Granul $\text{TiO}_2\text{-N}$ -Zeolit/Alginat

Fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$ -zeolit diimpregnasi dengan gel natrium alginat untuk mempersiapkan adsorben berbentuk granul dalam larutan kalsium klorida. Natrium alginat sebanyak 5 g dilarutkan dalam 200 mL akuades, diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan dipanaskan pada suhu  $40^\circ\text{C}$  agar terbentuk fasa gel.  $\text{TiO}_2\text{-N}$ -zeolit sebanyak 20 g dihaluskan menggunakan mortar lalu dicampurkan ke dalam gel alginat. Suspensi injeksi kedalam larutan kalsium klorida 3% dengan *syringe* 50 mL/jam. Kompleks granul  $\text{TiO}_2\text{-N}$ -zeolit/alginat terbentuk, selanjutnya dipisahkan dan dikeringkan pada suhu  $70\pm 2^\circ\text{C}$  selama 3 jam.

#### 3.4.5.1 Uji Fotodegradasi pada Limbah Cair Industri Tempe

Uji fotodegradasi limbah cair industri tempe dilakukan dengan menggunakan limbah cair industri tempe dari Desa Sanan, Kelurahan Purwanto, Kecamatan Blimbing, Kota Malang. Sebanyak 25 mL limbah cair industri tempe dimasukkan ke dalam

repository.ub.ac.id

gelas, kemudian ditambahkan 0,15 g fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$ -zeolit/alginat. Campuran larutan tersebut disinari dengan sinar ultraviolet selama 5 jam. Pengukuran nilai COD dilakukan terhadap limbah cair industri tempe sebelum degradasi dan setelah degradasi, dilakukan duplo sesuai dengan prosedur penelitian 3.4.6.

#### **3.4.5.2 Pengaruh Konsentrasi $\text{TiO}_2\text{-N}$ Pada Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ -Zeolit/Alginat**

Sebanyak 25 mL limbah cair industri tempe disiapkan dalam 4 gelas kaca. Masing-masing ditambahkan fotokatalis yang  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dengan variasi konsentrasi 0,9; 1,2; 1,5; dan 1,8 (g/g zeolit). Kemudian campuran larutan tersebut disinari dengan sinar ultraviolet selama 5 jam. Pengukuran nilai COD dilakukan terhadap limbah cair industri tempe sebelum degradasi dan setelah degradasi, dilakukan secara duplo sesuai dengan prosedur penelitian 3.4.6.

#### **3.4.5.3 Pengaruh Rasio Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ -Zeolit/Alginat dan Limbah Cair Industri Tempe Terhadap Degradasi Nilai COD Limbah Cair Industri Tempe**

Konsentrasi  $\text{TiO}_2\text{-N}$  pada fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$ -zeolit/alginat (g/g zeolit) yang memberikan penurunan nilai COD terbesar digunakan untuk mendegradasi limbah cair industri tempe dengan variasi massa. Disiapkan empat gelas kaca diisi limbah cair industri tempe dan fotokatalis sesuai variasi rasio. Rasio massa fotokatalis dengan volume limbah cair industri tempe yakni 4:1 (100 mg fotokatalis:25 mL limbah tempe); 2:1 (100 mg fotokatalis:50 mL limbah tempe); 3:1 (150 mg fotokatalis:50 mL limbah tempe); dan 6:1 (150 mg fotokatalis:25 mL limbah tempe). Campuran larutan tersebut disinari dengan sinar ultraviolet selama 5 jam. Hasil dari degradasi pengaruh rasio kemudian diukur nilai COD, dilakukan secara duplo sesuai dengan prosedur penelitian 3.4.6.

#### **3.4.5.4 Pengaruh Lama Penyinaran pada Degradasi Nilai COD Limbah Cair Industri Tempe**

Rasio fotokatalis dan limbah cair industri tempe yang memberikan penurunan nilai COD terbesar digunakan untuk mendegradasi limbah cair industri tempe dengan lama waktu penyinaran berbeda. Empat buah gelas kaca 50 mL masing-masing

diisi dengan 25 mL limbah cair industri tempe. Ke dalam gelas beker tersebut ditambahkan 0,15 g  $\text{TiO}_2\text{-N-zeolit/alginat}$ , lalu dilakukan penyinaran menggunakan sinar ultraviolet selama jam ke-2, 3, 4 dan 5. Pengukuran nilai COD dilakukan terhadap limbah cair industri tempe sebelum degradasi dan setelah degradasi, dilakukan secara duplo sesuai dengan prosedur penelitian 3.4.6.

### 3.4.6 Uji *Chemical Oxygen Demand* (COD)

Limbah cair industri tempe hasil degradasi diencerkan 2 mL dalam 250 mL lalu diambil sebanyak 25mL, kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambah  $\text{HgSO}_4$  0,5 g serta 5 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat. Setelah dingin, larutan ditambah  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  sebanyak 25 mL dan ditambahkan batu didih. Erlenmeyer yang berisi campuran larutan dirangkai dalam alat refluks dan air kondensor dialirkan. Kemudian larutan dalam erlenmeyer ditambahkan dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat sebanyak 32,5 mL melalui kondensor dan dibilas dengan sedikit akuades. Larutan tersebut direfluks selama 1 jam pada temperatur  $265^\circ\text{C}$ . Larutan hasil refluks ditunggu hingga dingin dan dilanjutkan dengan menambahkan 5 tetes indikator Ferroin. Larutan tersebut lalu dititrasi dengan larutan FAS dan dicatat volume titrasinya. Titrasi dan refluks dilakukan duplo. Uji COD dilakukan untuk hasil uji aktivitas limbah cair industri tempe yang diberi perlakuan konsentrasi  $\text{TiO}_2\text{-N}$  pada fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N-zeolit/alginat}$ , variasi lama penyinaran, rasio massa fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N-zeolit/alginat}$  dan volume limbah tempe.

## 3.5 Analisa Data

### 3.5.1 Penentuan Nilai COD

Perhitungan COD terdapat pada persamaan 3.1:

$$\text{Kadar COD} \left( \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) = \frac{(A-B) \times N \times 8 \times 1000}{S} \quad (3.1)$$

Keterangan:

- A = Volume FAS yang dibutuhkan untuk titrasi blangko (mL)
- B = Volume FAS yang dibutuhkan untuk titrasi sampel (mL)
- N = Konsentrasi ferro ammonium sulfat (FAS) (N)
- S = Volume sampel yang digunakan (mL)
- 8 = Ekuivalen oksigen
- 1000 = 1000 mL/L

### 3.5.2 Penurunan Persentase Degradasi

$$\text{Degradasi (\%)} = \frac{C_{awal} - C_{akhir}}{C_{awal}} \times 100\% \quad (3.2)$$

Keterangan:

$C_{awal}$  = nilai sebelum degradasi

$C_{akhir}$  = nilai setelah degradasi



## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Preparasi Limbah Cair Tempe

Limbah cair industri tempe diambil dari *home industry* di desa Sanan. Limbah cair industri tempe yang digunakan berupa limbah rebusan kedelai yang diambil sebelum dibuang keperairan. Digunakan limbah rebusan karena limbah tersebut memiliki volume yang lebih besar dan memiliki bau yang lebih menyengat dibanding limbah dari kegiatan produksi yang lain. Pengukuran nilai COD limbah selalu menggunakan limbah baru karena dikhawatirkan senyawa organik yang berada di dalam limbah dapat berubah dan mengganggu hasil pengukuran. Limbah rebusan berwarna kuning keruh dengan pH limbah adalah 5 yang diukur menggunakan pH universal. Sebelum limbah digunakan, disaring menggunakan kertas saring untuk memisahkan filtrat dan endapan. Endapan berwarna putih, sedangkan filtrat yang diperoleh berupa cairan berwarna kuning bening yang selanjutnya digunakan untuk pengukuran nilai COD.

#### 4.2 Aktivasi Zeolit dan Sintesis Granul Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N-Zeolit/Alginat}$

Preparasi zeolit sebelum diaktivasi dilakukan penghalusan dengan mortar porselin dan pengayakan pada zeolit sehingga diperoleh zeolit dengan ukuran partikel yang seragam yaitu  $\geq 200$  mesh. Penghalusan zeolit bertujuan untuk memperluas luas permukaan zeolit untuk meningkatkan sisi aktif zeolit. kemudian dilakukan pencucian zeolit dengan menggunakan akuades dan diaduk dengan menggunakan pengaduk magnet agar mempercepat proses pelarutan pengotor yang larut dalam akuades serta membuka pori-pori zeolit. Zeolit yang telah dicuci kemudian dikeringkan dengan menggunakan oven pada temperatur  $110^\circ\text{C}$  dan didesikator untuk menghilangkan kandungan air dan sisa uap air dalam zeolit.

Zeolit yang telah dicuci kemudian dilakukan aktivasi dengan menggunakan HCl 0,4 M. Penambahan HCl bertujuan untuk membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengotor, dan mengatur kembali letak atom yang dapat dipertukarkan. Zeolit kemudian dicuci sampai netral dan kemudian dikeringkan. Proses

aktivasi zeolit juga ditujukan untuk memodifikasi sifat-sifat dari zeolit, seperti luas permukaan dan keasaman. Luas permukaan dan keasaman yang meningkat akan menyebabkan aktivitas katalitik dari zeolit meningkat. Salah satu kelebihan dari zeolit adalah memiliki luas permukaan dan keasaman yang mudah dimodifikasi [18]. Zeolit yang telah diaktivasi dengan menggunakan HCl kemudian dicuci dengan menggunakan akuades untuk menghilangkan ion  $\text{Cl}^-$  yang masih terperangkap dalam pori zeolit. Pencucian dilakukan hingga pH sesuai dengan pH akuades yang menunjukkan bahwa klorida telah bebas dari zeolit. Zeolit yang telah bebas ion  $\text{Cl}^-$  dikeringkan dalam oven, kemudian dikalsinasi pada temperatur  $500^\circ\text{C}$  selama 5 jam untuk meningkatkan kemampuan adsorpsi dan meningkatkan luas permukaan zeolit.

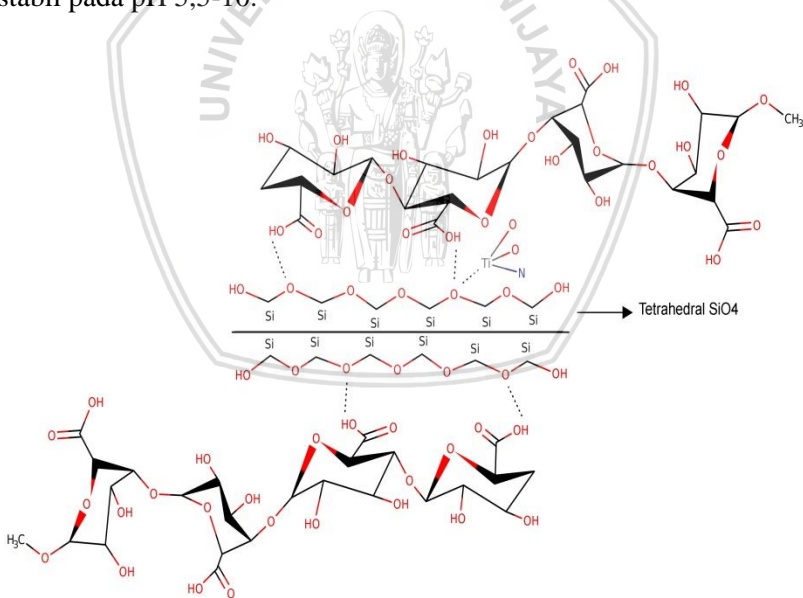
Langkah selanjutnya yaitu impregnasi  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dalam zeolit. Sintesis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dilakukan dengan menggunakan perbandingan massa  $\text{TiO}_2\text{:Urea}$  (10:1 b/b) dengan metode sonikasi. Sonikasi bertujuan agar N dari urea tersubstitusi pada  $\text{TiO}_2$  dengan menggantikan sebagian atom O pada  $\text{TiO}_2$  dengan atom N. Moghadam, dkk [37] melakukan sintesis  $\text{TiB}_2$  dengan metode ultrasonikasi yang bertujuan untuk mendispersikan atom B pada  $\text{TiO}_2$ . Ultrasonikasi pada  $\text{TiO}_2\text{-N}$  juga digunakan untuk membantu pendistribusian atom N dari urea ke dalam  $\text{TiO}_2$  untuk substitusi atom O melalui gelombang yang dipancarkan. Selain itu sonikasi bertujuan untuk memperkecil ukuran partikel. Dilanjutkan dengan proses kalsinasi pada temperatur  $300^\circ\text{C}$  selama 2 jam untuk menghilangkan molekul air dan pengotor organik yang masih terdapat dalam  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dan untuk memperkuat ikatan antara  $\text{TiO}_2$  dan N.  $\text{TiO}_2\text{-N}$  yang diperoleh kemudian diembankan pada zeolit teraktivasi dengan menambahkan etanol 96 % berfungsi untuk membantu mendispersikan  $\text{TiO}_2\text{-N}$  ke dalam mineral zeolit.  $\text{TiO}_2\text{-N}$ -zeolit yang diperoleh kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 5 jam dan dikalsinasi pada temperatur  $500^\circ\text{C}$  selama 5 jam untuk menghilangkan pengotor organik dan menstabilkan ikatan antara  $\text{TiO}_2\text{-N}$  pada zeolit.

Fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$ -zeolit yang terbentuk kemudian disintesis dengan alginat untuk membentuk granul agar mudah diaplikasikan. Alginat yang digunakan, ditambahkan dengan akuades kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnet pada suhu  $40^\circ\text{C}$



sampi terbentuk suspensi gel alginat. Serbuk fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$ -zeolit disuspensikan dengan gel alginat kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnet hingga tercampur secara merata. Pembentukan granul dilakukan dengan cara menginjektasikan hasil suspensi ke dalam *syringe pump* kemudian ditetaskan pada  $\text{CaCl}_2$  3% (w/v) hingga terbentuk granul. Granul yang terbentuk kemudian dicuci dengan akuades agar terbebas dari ion pengotor kemudian dikeringkan dalam oven sehingga terbentuk fotokatalis granul  $\text{TiO}_2\text{-N}$ -zeolit/alginat.

Interaksi antara zeolit alginat secara detail digambarkan pada Gambar 4.1. Amalia [38] menggunakan asam sitrat sebagai agen ikatan silang, dalam hal ini asam asetat berfungsi sebagai agen pembentuk ikatan silang. Penambahan zeolit terimpregnasi  $\text{TiO}_2\text{-N}$  akan menghasilkan zeolit yang terdapat dalam jaringan alginat. Pentetesan suspensi pada larutan  $\text{CaCl}_2$  dilakukan karena alginat stabil pada pH 5,5-10.



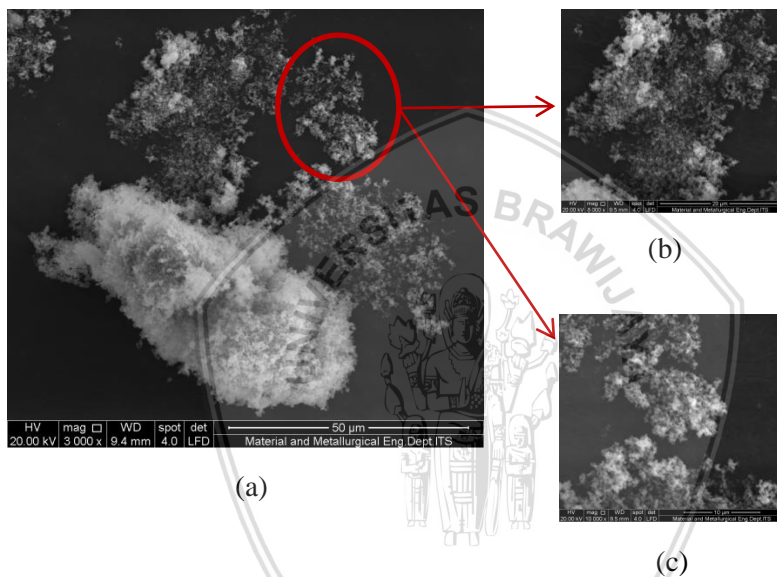
**Gambar 4.1:** Interaksi yang terjadi antara zeolit-alginat



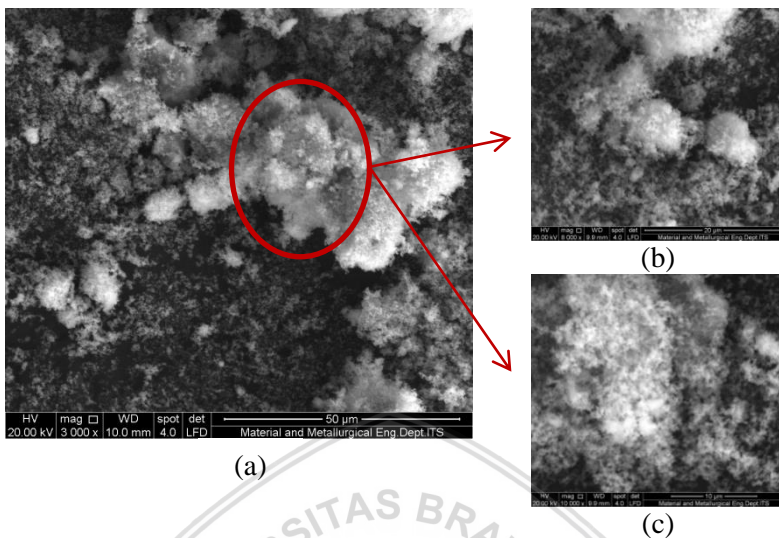
### 4.3 Karakterisasi

#### 4.3.1 Karakterisasi Fotokatalis Menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

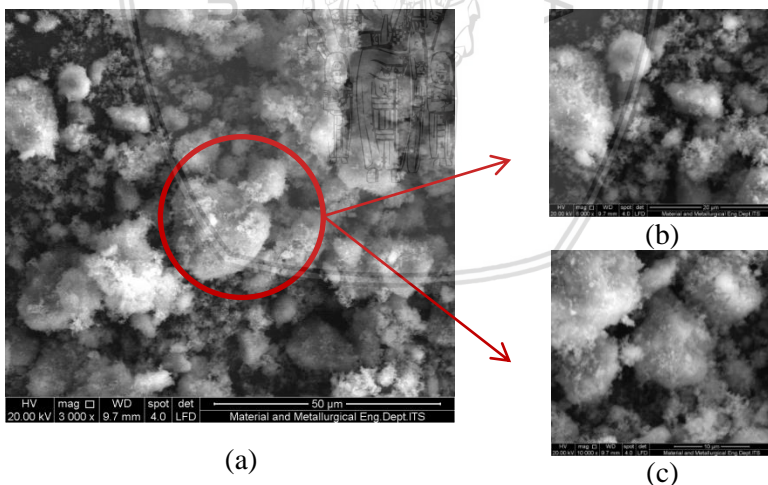
Morfologi permukaan  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2\text{-N}$ ,  $\text{TiO}_2\text{N-zeolit}$  dan  $\text{TiO}_2\text{N-zeolit/alginate}$  dilihat dengan menggunakan analisis *Scanning Electron Microscope* (SEM). Hasil analisis  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2\text{-N}$ ,  $\text{TiO}_2\text{N-zeolit}$  dan  $\text{TiO}_2\text{N-zeolit/alginate}$  ditunjukkan pada Gambar 4.1 hingga Gambar 4.4



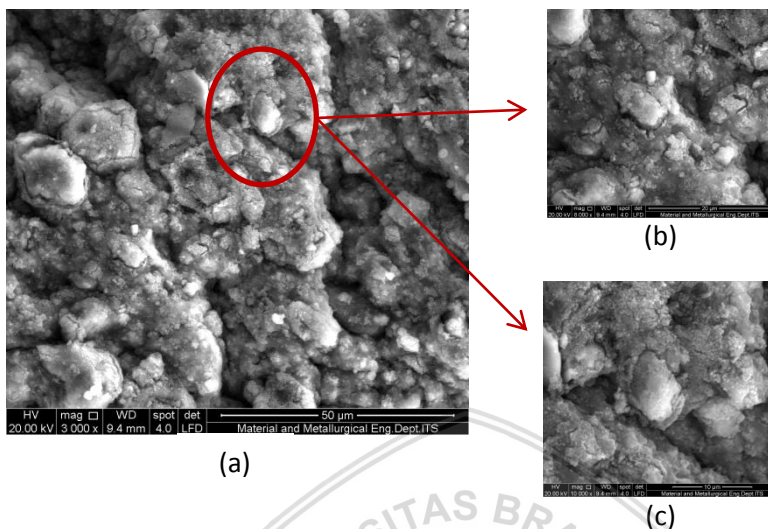
**Gambar 4.2:** Hasil Karakterisasi SEM (a)  $\text{TiO}_2$  (perbesaran 3000x), (b)  $\text{TiO}_2$  (perbesaran 8000x), (c)  $\text{TiO}_2$  (perbesaran 10000x)



**Gambar 4.3:** Hasil Karakterisasi SEM (a)  $\text{TiO}_2\text{-N}$  (perbesaran 3000x), (b)  $\text{TiO}_2\text{-N}$  (perbesaran 8000x), (c)  $\text{TiO}_2\text{-N}$  (perbesaran 10000x)



**Gambar 4.4:** Hasil Karakterisasi SEM (a)  $\text{TiO}_2\text{N-zeolit}$  (perbesaran 3000x), (b)  $\text{TiO}_2\text{N-zeolit}$  (perbesaran 8000x), (c)  $\text{TiO}_2\text{N-zeolit}$  (perbesaran 10000x)



**Gambar 4.5:** Hasil Karakterisasi SEM (a)  $\text{TiO}_2\text{N-zeolit/alginate}$  (perbesaran 3000x), (b)  $\text{TiO}_2\text{N-zeolit/alginate}$  (perbesaran 8000x), (c)  $\text{TiO}_2\text{N-zeolit/alginate}$  (perbesaran 10000x)

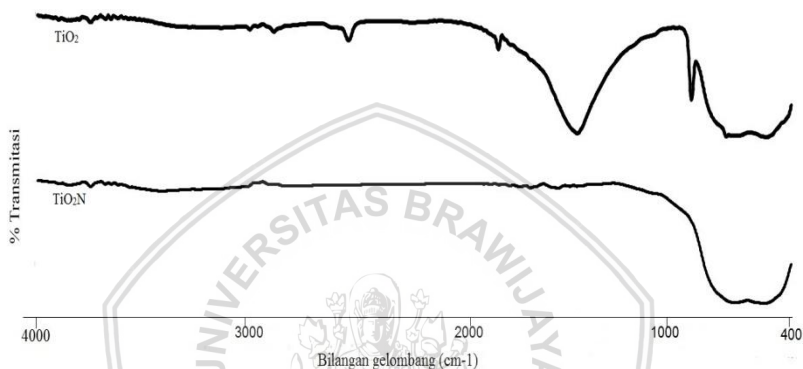
Berdasarkan hasil SEM pada Gambar 4.2 hingga Gambar 4.5 dapat dilihat perbedaan permukaan antara tiap sampel. Hasil SEM yang didapatkan menunjukkan bahwa pada semikonduktor  $\text{TiO}_2$  yang didopan dengan atom N memiliki permukaan yang lebih rapat dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$  [33]. Sedangkan ketika  $\text{TiO}_2\text{-N}$  diimbangkan pada zeolit dan disintesis dengan alginat luas permukaan yang dihasilkan sangat rapat dan lebih luas dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2\text{N-zeolit}$ . Hal ini menunjukkan bahwa dari perlakuan yang telah dilakukan, menunjukkan adanya pertambahan luas permukaan dan meningkatkan adsorpsi pada proses fotodegradasi.

#### 4.3.2 Karakterisasi Fotokatalis Menggunakan *Fourier Transformation Infra Red (FT-IR)*

Spektrofotometer infra merah adalah alat yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi suatu senyawa kimia. Spektra yang dihasilkan dari hasil karakterisasi spektrofotometer infra merah dapat menunjukkan gambaran dari gugus fungsi yang terdapat dalam suatu senyawa.  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2\text{-N}$ , zeolit dan  $\text{TiO}_2\text{N-zeolit/alginate}$  yang terbentuk dikarakterisasi untuk mengetahui pengaruhnya terhadap

fotokalis. Selain itu, untuk mengetahui keberhasilan dopping N pada  $\text{TiO}_2$ -N dan impregnasi  $\text{TiO}_2$ -N pada zeolit. hasil karakterisasi dari fotokalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit/alginat menggunakan spektrofotometer FT-IR ditunjukkan pada Gambar 4.5.

Berdasarkan hasil karakterisasi gugus fungsi yang terdapat pada Gambar 4.5 didapatkan spektra dari gugus fungsi pada fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -zeolit/alginat. Tabel 4.1 menunjukkan data interpretasi FT-IR fotokatalis.

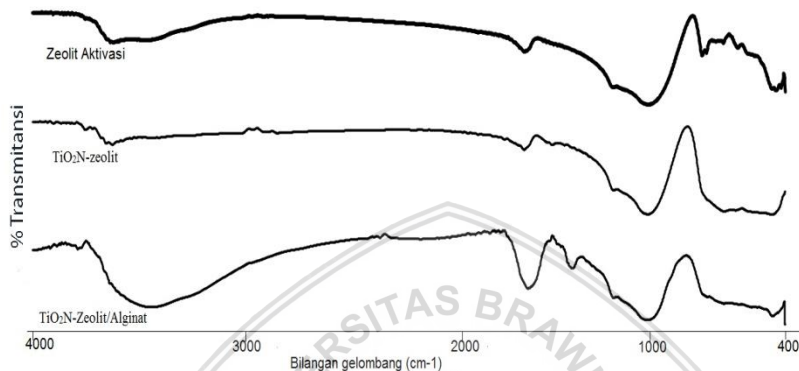


**Gambar 4.6:** Spektra  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2$ -N

Berdasarkan Gambar 4.6 spektra  $\text{TiO}_2$  memiliki serapan pada bilangan gelombang  $1422,20 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi tekuk O-H, pada bilangan gelombang  $708,91 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi tekuk dari Ti-O, dan pada bilangan gelombang  $517,71 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi Ti-O [39]. Sedangkan pada spektrum  $\text{TiO}_2$ -N memiliki serapan pada bilangan gelombang  $667,91 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya vibrasi Ti-N dan pada bilangan gelombang  $530,61 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi Ti-O.

Pada spektrum zeolit alam, terdapat serapan pada bilangan gelombang  $3435,30 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus fungsi O-H. Sedangkan pada bilangan gelombang  $1647,63 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi tekuk O-H. Pada serapan  $1049,10 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetri O-Si-O atau O-Al-O, pada serapan  $797,50 \text{ cm}^{-1}$  dan  $695,30 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur simetri O-Si-O atau O-Al-O. Pada serapan  $458,70 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi tekuk Si-O atau Al-O [40]. Sedangkan pada zeolit aktivasi,

terjadi penurunan intensitas pada bilangan gelombang  $3428,03\text{ cm}^{-1}$  dan pada  $1649,61\text{ cm}^{-1}$ . Pada serapan  $1054,10\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetri O-Si-O atau O-Al-O, dan pada bilangan gelombang  $446,82\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi tekuk Si-O atau Al-O [41].



**Gambar 4.7:** Spektra Zeolit aktivasi,  $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolit, dan  $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolit/alginat

Pada Gambar 4.7 spektra  $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolit, terdapat serapan pada bilangan gelombang  $3618,97\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus fungsi O-H, pada bilangan gelombang  $1649,72\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi tekuk O-H, sedangkan pada bilangan gelombang  $1057,10\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetri O-Si-O atau O-Al-O, pada bilangan gelombang  $692,13\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi Ti-N, dan pada bilangan gelombang  $462,21\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi tekuk Si-O atau Al-O.

Pada spektrum  $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolit/alginate, terjadi peningkatan intensitas serapan pada  $3418,28\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus O-H, pada bilangan gelombang  $1420,63\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi tekuk O-H, pada serapan  $1632,44\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi C=O dari asam karboksilat, pada serapan  $1057,14\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetri O-Si-O atau O-Al-O, sedangkan pada bilangan gelombang  $693,22\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi Ti-N, dan pada bilangan gelombang  $459,91\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi tekuk Si-O atau Al-O.

Berdasarkan perbandingan serapan pada gugus fungsi yang ada pada Tabel 4.1 dapat diketahui bahwa terjadi perubahan bilangan gelombang pada setiap perlakuan, hal ini menunjukkan adanya interaksi. Perubahan intensitas serapan menunjukkan keberhasilan proses dopan N pada TiO<sub>2</sub>-N, impregnasi TiO<sub>2</sub>-N pada zeolit dan penambahan alginat pada TiO<sub>2</sub>N-zeolit.

**Tabel 4.1:** Data Serapan FT-IR

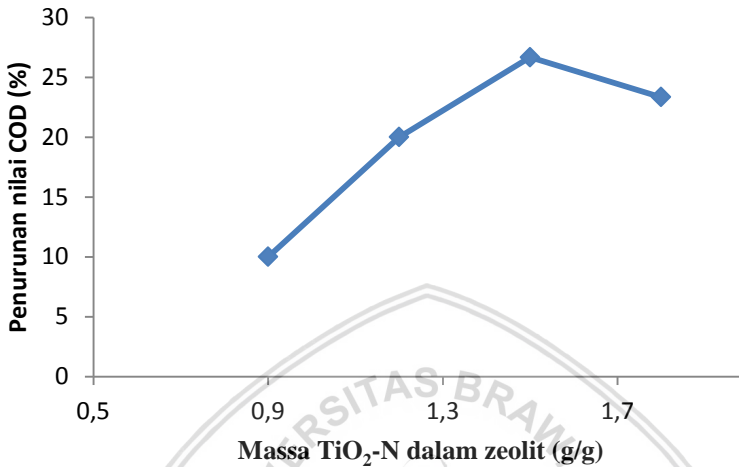
No.	TiO <sub>2</sub> (cm <sup>-1</sup> )	TiO <sub>2</sub> N (cm <sup>-1</sup> )	Zeolit Aktivasi (cm <sup>-1</sup> )	TiO <sub>2</sub> N- Zeolit (cm <sup>-1</sup> )	TiO <sub>2</sub> N- Zeolit/Alginat (cm <sup>-1</sup> )	Interpretasi
1			3428,03	3618,97	3418,28	Vibrasi ulur OH
2	1422,20		1649,61	1649,72	1420,63	Vibrasi tekuk O-H
3					1632,44	Vibrasi C=O
4			1054,10	1057,10	1057,14	Vibrasi ulur asimetri O-T-O (O-Si-O / O-Al-O)
5	708,91					Vibrasi tekuk Ti-O
6		667,91		692,13	693,22	Vibrasi Ti-N
7	517,71	530,61				Vibrasi Ti-O
8			446,82	462,21	459,91	Vibrasi tekuk (Si-O / Al-O)

#### 4.4 Pengaruh Konsentrasi TiO<sub>2</sub>-N dalam Fotokatalis

Pengaruh konsentarsi TiO<sub>2</sub>-N dilakukan dengan mempersiapkan 25 mL limbah cair industri tempe dalam 4 gelas kaca. Masing-masing ditambahkan fotokatalis yang mengandung TiO<sub>2</sub>-N dengan variasi konsentrasi 0,3; 0,4; 0,5 dan 0,6 (g/g zeolit). Kemudian dilakukan penyinaran dengan sinar ultraviolet selama 5 jam. Pengukuran nilai COD dilakukan terhadap limbah cair industri tempe sebelum dan setelah degradasi. Berdasarkan Gambar 4.1 menunjukkan konsenrasi TiO<sub>2</sub>-N terhadap degradasi limbah cair industri tempe. Penambahan TiO<sub>2</sub>-N dalam fotokatalis dapat meningkatkan degradasi limbah cair industri tempe, dengan nilai optimum TiO<sub>2</sub>-N 1,5 g yang mendegradasi hingga 26,67 %. Penambahan 0,9 g degradasi yang dicapai 10,00 %, 1,2 g mengalami



peningkatan degradasi 20,00 %, sedangkan 1,8 g mengalami peningkatan degradasi menjadi 23,33 %.



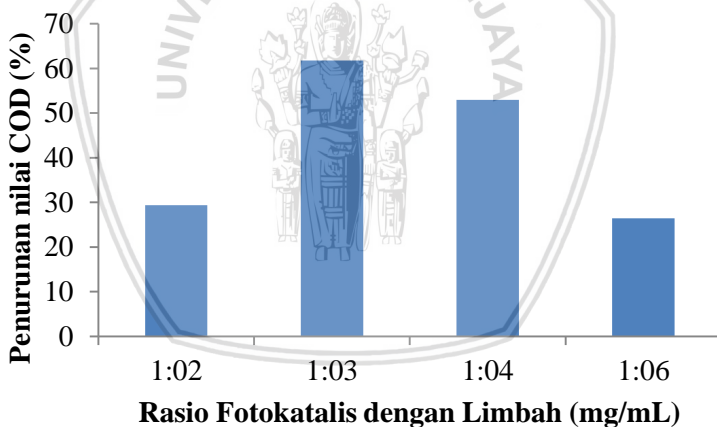
**Gambar 4.8:** Grafik hubungan massa  $\text{TiO}_2\text{-N}$  fotokatalis terhadap penurunan nilai COD (%) limbah cair industri tempe

Berdasarkan Gambar 4.8 menunjukkan bahwa persen degradasi limbah cair industri tempe meningkat dengan penambahan fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dengan konsentrasi dari 0,9 hingga 1,5 (g/g zeolit), namun menurun dari 1,5 hingga 1,8 (g/g zeolit). Peningkatan persen degradasi ini disebabkan karena dengan bertambahnya jumlah fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  di dalam larutan limbah maka jumlah sisi aktif fotokatalis akan meningkat, sehingga energi foton yang terserap oleh fotokatalis semakin banyak, dan meningkatkan terbentuknya  $\cdot\text{OH}$  untuk proses fotodegradasi senyawa yang terdapat dalam limbah [9]. Penambahan  $\text{TiO}_2\text{-N}$  berlebih akan mengurangi kemampuan adsorpsi dari fotokatalis, sehingga proses adsorpsi akan menurun. Fotokatalis yang memiliki kemampuan adsorpsi dan fotokatalik seimbang memberikan hasil degradasi lebih baik dibanding fotokatalis dengan hanya salah satu proses yang bekerja. Komposisi antara katalis dan pengemban harus sesuai agar diperoleh fotokatalis dengan kemampuan optimum [17]. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Sani [42] menyatakan bahwa

semakin tinggi konsentrasi kristal  $\text{TiO}_2$  yang digunakan maka semakin rendah adsorpsi yang terjadi oleh fotokatalis.

#### 4.5 Pengaruh Rasio Fotokatalis $\text{TiO}_2$ -N/Zeolit-Alginat dan Limbah Cair Industri Tempe Terhadap Degradasi Nilai COD Limbah Cair Industri Tempe

Pengaruh rasio fotokatalis dan limbah cair industri tempe digunakan konsentrasi optimum  $\text{TiO}_2$ -N pada fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -N/zeolit-alginat, yaitu 0,5 g. Disiapkan empat gelas kaca diisi dengan limbah cair industri tempe dan fotokatalis sesuai variasi rasio. Rasio massa fotokatalis dengan volume limbah cair industri tempe yakni 4:1 (100 mg fotokatalis:25 mL limbah tempe); 2:1 (100 mg fotokatalis:50 mL limbah tempe); 3:1 (150 mg fotokatalis:50 mL limbah tempe); dan 6:1 (150 mg fotokatalis:25 mL limbah tempe). Disinari dengan sinar ultraviolet selama 5 jam. Hasil dari degradasi pengaruh rasio kemudian diukur nilai COD dengan menggunakan analisis COD.



**Gambar 4.9:** Grafik hubungan rasio fotokatalis dan volume limbah cair industri tempe terhadap penurunan nilai COD (%) limbah cair industri tempe (dengan penggunaan konsentrasi optimum 1,5 (g/g zeolit)

Berdasarkan Gambar 4.9 menunjukkan rasio massa fotokatalis dan volume limbah cair industri tempe terhadap degradasi yang memberikan hasil berbeda pada parameter massa fotokatalis



maupun limbah cair industri tempe. Parameter volume limbah cair industri tempe menggunakan 25 mL dan 50 mL, sedangkan parameter fotokatalis menggunakan 100 mg dan 150 mg. Pada volume 25 mL, fotokatalis dengan massa 100 mg mampu mendegradasi 52,94 %, sedangkan massa 150 mg mampu mendegradasi 26,47 %. Volume 50 mL, massa fotokatalis 100 mg mendegradasi 29,41 %, untuk massa fotokatalis 150 mg mampu mendegradasi hingga 61,76 %.

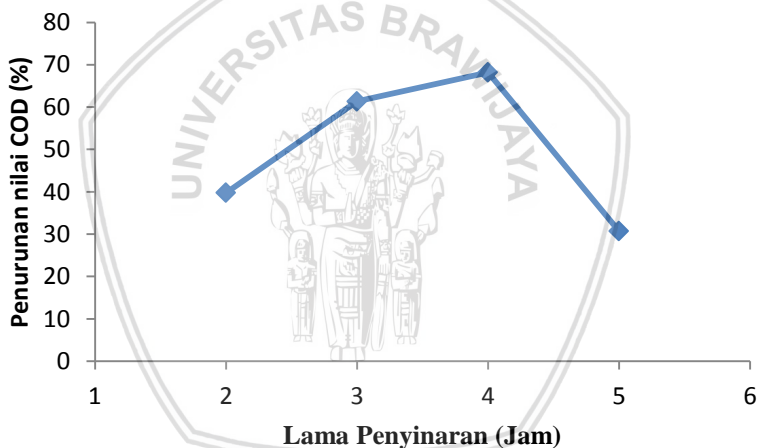
Degradasi optimum volume pada massa fotokatalis 150 mg, nilai degradasi optimum 61,76 % dengan rasio 150 mg fotokatalis dan 50 mL limbah cair industri tempe. Peningkatan persen degradasi ini disebabkan karena dengan bertambahnya jumlah fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  di dalam larutan limbah cair industri tempe, maka jumlah sisi aktif fotokatalis akan meningkat, sehingga energi foton yang terserap oleh fotokatalis semakin banyak, dan meningkatkan terbentuknya  $\cdot\text{OH}$  untuk proses fotodegradasi. Sedangkan penurunan persen degradasi limbah cair industri tempe disebabkan oleh terbentuknya agregat pada fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  yang terlalu banyak, sehingga menutupi sisi aktif pada permukaan fotokatalis untuk absorpsi sinar. Selain itu, penurunan persen degradasi juga disebabkan oleh meningkatnya turbiditas larutan akibat terhamburnya fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  di dalam larutan limbah cair industri tempe, sehingga mengurangi kuantitas sinar yang dapat diserap oleh permukaan fotokatalis. Berkurangnya kuantitas sinar yang mengenai sisi aktif fotokatalis ini menyebabkan sedikitnya  $\cdot\text{OH}$  yang terbentuk, sehingga kemampuan fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dalam mendegradasi senyawa pada limbah cair industri tempe menjadi berkurang.

Berdasarkan penelitian Permata, dkk [43] menjelaskan bahwa pada penambahan fotokatalis  $\text{ZnO}$  ketika mencapai degradasi maksimal, larutan mengalami titik jenuh dengan persentase degradasi tidak lagi bertambah dan sebaliknya mengalami penurunan ketika fotokatalis yang ditambahkan terlalu banyak sehingga terjadi kekeruhan pada larutan. Kekeruhan pada larutan dapat menghalangi sinar UV yang masuk yang mengakibatkan pembentukan elektron yang dihasilkan dari fotokatalis tidak maksimal, sehingga efektifitas degradasi menurun. Hal ini memperlihatkan bahwa massa fotokatalis dapat meningkatkan jumlah permukaan fotokatalis yang menyediakan radikal hidroksi ( $\cdot\text{OH}$ ). Reaksi fotodegradasi akan

efektif dan persentase degradasi larutan yang terdegradasi akan meningkatkan seiring dengan semakin meningkatnya jumlah permukaan fotokatalis yang menyediakan radikal hidroksida ( $\bullet\text{OH}$ ).

#### 4.6 Pengaruh Lama Penyinaran pada Degradasi Nilai COD Limbah Cair Industri Tempe

Lama penyinaran menggunakan hasil pengukuran rasio optimum yaitu 1:3 (150 mg fotokatalis : 50 mL limbah cair industri tempe). Empat buah gelas kaca masing-masing diisi dengan 50 mL limbah cair industri tempe dan ditambahkan gelas tersebut 150 mg  $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolit/alginat, lalu dilakukan penyinaran menggunakan sinar UV selama jam ke-2, 3, 4, dan 5. Pengukuran nilai COD dilakukan pada limbah cair industri tempe sebelum degradasi dan setelah degradasi.

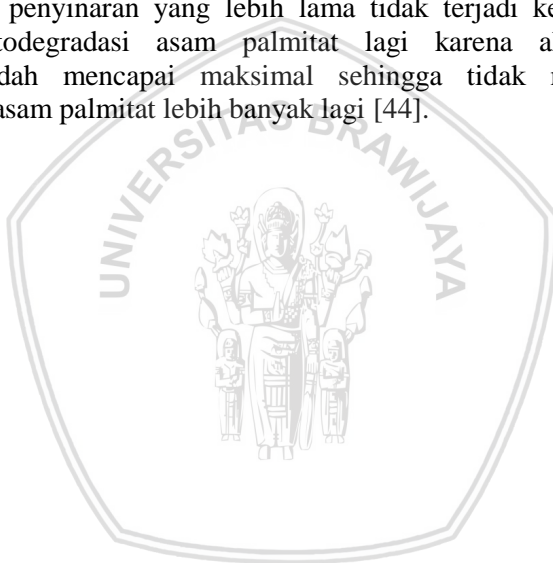


**Gambar 4.10:** Grafik hubungan lama penyinaran terhadap penurunan nilai COD (%) limbah cair industri tempe (dengan penggunaan konsentrasi optimum 1,5 (g/g zeolit), dan rasio fotokatalis dengan limbah adalah 1:3)

Berdasarkan Gambar 4.10 menunjukkan lama penyinaran optimum selama 4 jam yaitu sebesar 68,18 %. Hal ini tersebut menunjukkan bahwa semakin lama waktu penyinaran akan menghasilkan OH radikal lebih banyak yang akan berinteraksi dengan limbah, namun setelah mencapai waktu optimum dan

penyinaran lebih lama tidak terjadi kenaikan persen degradasi karena aktivitas fotokatalis sudah mencapai maksimal dan tidak mampu mendegradasi lebih banyak lagi.

Lama waktu penyinaran dengan sinar UV dalam proses menggambarkan lama interaksi antara fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dengan sinar UV ( $h\nu$ ) dan interaksi antara radikal  $\bullet\text{OH}$  dengan asam palmitat. Semakin lama waktu penyinaran maka semakin banyak energi foton yang diserap oleh fotokatalis, sehingga spesies  $h\nu^+$  atau radikal  $\bullet\text{OH}$  yang terbentuk pada permukaan fotokatalis semakin banyak dan interaksi antara fotokatalis dengan asam palmitat juga semakin lama sehingga akan meningkatkan efektivitas fotodegradasi asam palmitat. Setelah waktu penyinaran yang lebih lama tidak terjadi kenaikan efektivitas fotodegradasi asam palmitat lagi karena aktivitas fotokatalis sudah mencapai maksimal sehingga tidak mampu mendegradasi asam palmitat lebih banyak lagi [44].



## BAB V PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik kesimpulan bahwa:

1. Karakterisasi SEM menunjukkan adanya perubahan morfologi dari  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2\text{N}$ ,  $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolit, dan  $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolit/alginat

Hasil dari karakterisasi FT-IR menunjukkan serapan Ti-N pada bilangan gelombang  $667,91\text{ cm}^{-1}$ . Keberhasilan impregnasi  $\text{TiO}_2\text{N}$  pada zeolit ditunjukkan dengan adanya gugus fungsi  $\text{TiO}_2\text{N}$  dan zeolit pada spektra  $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolit.

2. Konsentrasi  $\text{TiO}_2\text{N}$  mempengaruhi proses fotodegradasi limbah cair industri tempe dengan konsentrasi optimum  $\text{TiO}_2\text{N}$  1,5 (g/g zeolit) dengan penurunan nilai COD sebesar 26,67%.
3. Rasio fotokatalis dengan limbah cair industri tempe dengan penurunan nilai COD optimum adalah 1:3 (150 mg fotokatalis : 50 mL limbah cair industri tempe). Penyinaran selama 4 jam menghasilkan penurunan nilai COD sebesar 68,18%.

### 5.2 Saran

Diharapkan pada penelitian selanjutnya, dilakukan karakterisasi *beads* fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{N}$ -zeolit/alginat setelah digunakan degradasi.



## DAFTAR PUSTAKA

- [1.] Badan Standarisasi Nasional, P. (2012). **Tempe: Persembahan Indonesia untuk Dunia**. Jakarta
- [2.] Wiryani, E. (2007). **Analisis Kandungan Limbah Cair Pabrik Tempe**. *Lab. Ekologi dan Biosistemika Jurusan Biologi FMIPA, Undip Semarang*, 1–11.
- [3.] Fatimah, I., & Wijaya, K. (2005). **Sintesis Tio 2 /Zeolit Sebagai Fotokatalis Pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka Secara Adsorpsi-Fotodegradasi**. *Teknoin*, 10(4), 257–267.
- [4.] Tussa'adah, R. (2015). **Sintesis Material Fotokatalis Tio2 Untuk Penjernihan Limbah Tekstil**. *Jurnal Fisika Unand*, 4(1).
- [5.] Agus, E., Wibowo, P., Sekaran, K., Pati, K. G., & Tengah, J. (2015). **Karakterisasi dan aplikasinya TiO<sub>2</sub>-N photocatalyst: study on the synthesis sol-gel method**. *Prosiding Seminar Nasional Kimia*, 3–4.
- [6.] Riyani, K., Setyaningtyas, T., & Dwiasih, W. (2012). **Pengolahan Limbah Cair Batik menggunakan Fotokatalis TiO<sub>2</sub> Dopan N dengan Bantuan Sinar Matahari**. *Valensi*, 2(5), 581–587.
- [7.] Hartoyo, A. W. W., Sri, W., & Harjito. (2013). **Penurunan kadar linear alkyl sulfonate oleh fotokatalis TiO<sub>2</sub>/zeolit alam**. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 2(2), 108–113.
- [8.] Lestari, Y. D., Wardhani, S. W., & Khunur, M. M. (2015). **Degradasi Methylene Blue Menggunakan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N/Zeolit Dengan Sinar Matahari**. *Jurnal Ilmu Kimia Universitas Brawijaya*, 1(1), 592.
- [9.] Fraditasari, R., Wardhani, S., & Khunur, M. M. (2015). **Degradasi Methyl Orange Menggunakan Fotokatalis**

**TiO<sub>2</sub> N: Kajian Pengaruh Sinar Dan Konsentrasi TiO<sub>2</sub>-N.** *Jurnal Ilmu Kimia Universitas Brawijaya*, 1(1), 606.

- [10.] Rowe, R., Sheskey, P., & Quinn, M. (2009). **Handbook of Pharmaceutical Excipients.** *Handbook of pharmaceutical excipients, Sixth edition*, 549–553.
- [11.] KEMENTERIAN LINGKUNGAN HIDUP. (2014). **Peraturan Menteri Lingkungan Hidup Republik Indonesia Nomor 5 Tahun 2014 Tentang Baku Mutu Air Limbah.** Jakarta
- [12.] Saraswati, I. G. A. A., Diantariani, N. P., & Suarya, P. (2015). **Fotodegradasi zat warna tekstil congo red dengan fotokatalis ZnO-arang aktif dan sinar ultraviolet (UV).** *JURNAL KIMIA*, 9(2), 175–182.
- [13.] Wang, J., Fan, C., Ren, Z., Fu, X., Qian, G., & Wang, Z. (2014). **N-doped TiO<sub>2</sub>/C nanocomposites and N-doped TiO<sub>2</sub> synthesised at different thermal treatment temperatures with the same hydrothermal precursor.** *Dalton Transactions*, 43(36), 13783–13791.
- [14.] Ekasari, V., & Yudoyono, G. (2013). **Fabrikasi Dssc dengan Dye Ekstrak Jahe Merah (Zingiber Officinale Linn Var. Rubrum) Variasi Larutan TiO<sub>2</sub> Nanopartikel Berfase Anatase dengan Teknik Pelapisan Spin Coating.** *Jurnal Sains dan Seni ITS*, 2(1), B15–B20.
- [15.] Benedix, R., Dehn, F., Quaas, J., & Orgass, M. (2000). **Application of titanium dioxide photocatalysis to create self cleaning building materials.** *Lacer*, 5, 157–168.
- [16.] Ishioka, K., & Petek, H. (2012). **Raman generation of coherent phonons of anatase and rutile TiO<sub>2</sub> photoexcited at fundamental absorption edges.** *Physical Review B*, 86(20), 205–201.

- [17.] Nisaa', A. K. (2017). **Degradasi Limbah Cair Industri Tempe Menggunakan Granul Fotokatalis  $\text{TiO}_2$  N Bentonit/Alginat**. *Skripsi*. Universitas Brawijaya, Malang.
- [18.] Lestari, D. Y. (2010). **Kajian modifikasi dan karakterisasi zeolit alam dari berbagai negara**. In *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia*.
- [19.] Atikah, W. S. (2017). **Karakterisasi Zeolit Alam Gunung Kidul Teraktivasi sebagai Media Adsorben Pewarna Tekstil**. *Arena Tekstil*, 32(1).
- [20.] Querol, X., Moreno, N., Umana, J. T., Alastuey, A. H., E., Lopez Soler, A., & Plana, F. (n.d.). **Synthesis of zeolites from coal fly ash: an overview**. *International Journal of Coal Geology*, 50(1), 413–423.
- [21.] Mørch, Y. A. (2008). **Novel Alginate Microcapsules for Cell Therapy—A study of the structure-function relationships in native and structurally engineered alginates**. Department of Biotechnology, Faculty of Natural Sciences and Technology, Norwegian University of Science and Technology.
- [22.] Shrivastava, V. S. (2010). **Removal of hazardous textile dyes from aqueous solution by using commercial activated carbon with  $\text{TiO}_2$  and  $\text{ZnO}$  as photocatalyst**. *International Journal of ChemTech Research*, 2(1), 427–435.
- [23.] Shaari, N., & Kamarudin, S. K. (2015). **Chitosan and alginate types of bio-membrane in fuel cell application: An overview**. *Journal of Power Sources*, 289, 71–80.
- [24.] Sodium alginate. (2005). Retrieved from [www.sciencelab.com/msds.php?msdsId=9924955](http://www.sciencelab.com/msds.php?msdsId=9924955). Diakses pada tanggal 16 Februari 2018 pukul 19:09 WIB
- [25.] Calcium alginate. (2015). Retrieved from



[www.foodsweeteners.com/calcium-alginate-msds](http://www.foodsweeteners.com/calcium-alginate-msds). Diakses pada tanggal 16 Februari 2018 pukul 19:11 WIB

- [26.] Paramita, P., Shovitri, M., & Kuswytasari, N. D. (2012). **Biodegradasi Limbah Organik Pasar dengan Menggunakan Mikroorganisme Alami Tangki Septik.** *Jurnal Sains dan Seni ITS*, 1(1), 23–26.
- [27.] Yusuf, M., & Handooyo, G. (2004). **Dampak Pencemaran Terhadap Kualitas Perairan dan Strategi Adaptasi Organisme Makrobenthos di Perairan Pulau Tirangcawang Semarang.** *ILMU KELAUTAN: Indonesian Journal of Marine Sciences*, 9(1), 41–49.
- [28.] Irmanto, I., Suyata, S., & Zufahair, Z. (2013). **Optimasi penurunan COD, BOD, dan TSS limbah cair industri etanol (vanasse) psa palimanan dengan metode multi soil layering (MSL).** *Molekul*, 8(2), 131–141.
- [29.] Nurhasanah. (2009). **Penentuan Kadar COD (chemical oxygen demand) pada Limbah Cair Pabrik Kelapa Sawit, Pabrik Karet dan Domestik,** 1–39.
- [30.] Stefanie A, P. (2016). **Karakterisasi Lapisan Tipis Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) Yang Ditumbuhkan Dengan Metode Spin Coating Diatas Substrat Kaca.** Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin
- [31.] Arutanti, O., Abdullah, M., Khairurrijal, K., & Mahfudz, H. (2009). **Penjernihan Air Dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ).** *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, 53–55.
- [32.] Gunawan, B., & Azhari, C. D. (2010). **Karakterisasi Spektrofotometri IR dan Scanning Electron Microscopy (SEM) Sensor Gas dari Bahan Polimer**

**Poly Ethelyn Glycol (PEG).** *Jurnal Sains dan Teknologi*, 3(2), 1-17.

- [33.] Lin, Y.-H., Weng, C.-H., Srivastav, A. L., Lin, Y.-T., & Tzeng, J.-H. (2015). **Facile synthesis and characterization of N doped TiO<sub>2</sub> photocatalyst and its visible-light activity for photo-oxidation of ethylene.** *Journal of Nanomaterials*, 1-11.
- [34.] Rianto, L. B., Amalia, S., & Khalifah, S. N. (2013). **Pengaruh Impregnasi Logam Titanium pada Zeolit Alam Malang Terhadap Luas Permukaan Zeolit.** *ALCHEMY: Journal of Chemistry*, 58-67.
- [35.] Rasyida, K., Kuswandi, B., & Kristiningrum, N. (2014). **Deteksi Kemurnian Air Zamzam Menggunakan Metode Spektrofotometri Fourier Transform Infrared (FTIR) dan Kemometrik (Detection of Zamzam Water Purity Using Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy Technique and Chemometrics).** *Pustaka Kesehatan*, 2(2), 320–326.
- [36.] Wijaya, K., Sugiharto, E., Fatimah, I., Sudiono, S., & Kurniaysih, D. (2006). **Utilisasi TiO<sub>2</sub>-Zeolit dan Sinar UV untuk Fotodegradasi Zat Warna Congo Red.** *Teknoin*, 11(3).
- [37.] Dorri, M. A., Omrani, E., Lopez, H., Zhou, L., Sohn, Y., & Rohatgi, P. K. (2017). **Strengthening in Hybrid Alumina Titanium Diboride Aluminum Matrix Composites Synthesized by Ultrasonic Assisted Reactive Mechanical Mixing.** *Materials Science and Engineering: A*, 702, 312-321.
- [38.] Amalia, N. (2012). **Sintesis Dan Karakterisasi Kopolimer Pati Sagu (Sago starch) Dengan PEG 1000 Menggunakan Asam Sitrat Sebagai Crosslinking Agent,** *Skripsi*, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Jember.

- [39.] Purnawan, C., & Martini, T. (2014). **Aktivitas Antibakteri Kain Kasa Terlapisi  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  Amorf, Ag, dan Kitosan/Ag terhadap Bakteri Gram Negatif dan Positif**, *Jurnal Manusia dan Lingkungan*, 21(1), 30-33.
- [40.] Hanipa, P., Pradoyo, Taslimah, Arnelli, & Astuti, Y. (2017). **Pengaruh Variasi Waktu Hidrotermal terhadap Sintesis dan Karakterisasi Nanokristal Zeolit A dari Abu Sekam Padi**. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 20(2), 79-83.
- [41.] Saraswati, I. (2015). **Zeolite-A Synthesis from Glass**, 23, 4.
- [42.] Sani A, A., Roatika N, A., & Rakhmawaty, D. (2009). **Pembuatan Fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -Zeolit Alam Asal Tasikmalaya untuk Fotodegradasi Methylene Blue**. *Jurnal Zeolit Indonesia*, 8.
- [43.] Permata, D. G., Diantariani, N. P., & Widihati, I. A. G. (2016). **Degradasi Fotokatalitik Fenol Menggunakan Fotokatalis  $\text{ZnO}$  dan Sinar UV**. *JURNAL KIMIA*, 10 (2), 263-269.
- [44.] Aprilita, N. H., Kartini, I., & Ratnaningtyas, S. H. (2008). **Self Cleaning Glass Based On Acid-Treated  $\text{TiO}_2$  Films With Palmitic Acid As Model Pollutant**. *Indo. Journal. Chem*, 8, 7.